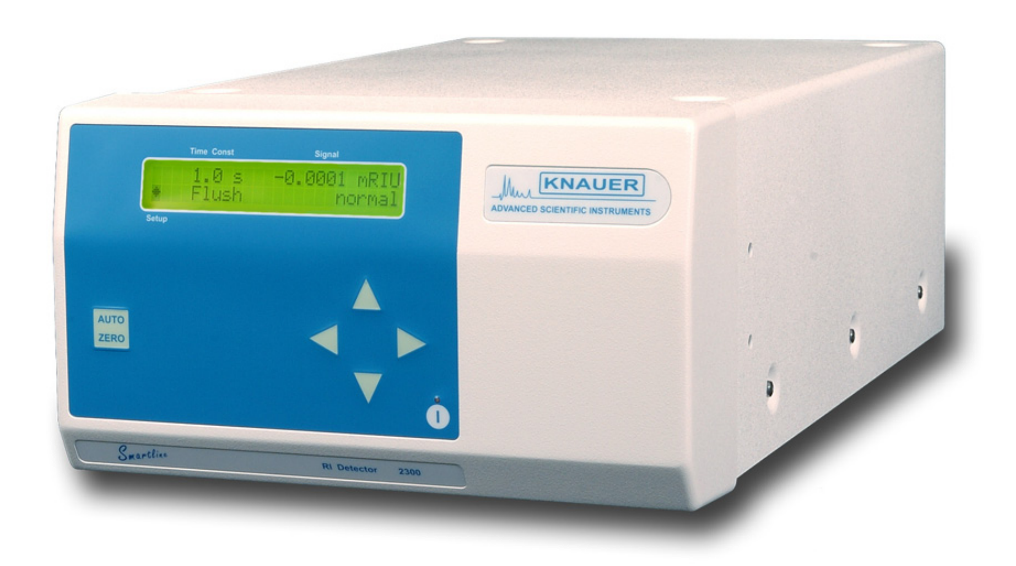


Smartline

► RI Detector 2300/RI Detektor 2300
User Manual/Benutzerhandbuch

V7607, 03/2007



HPLC · SMB · Osmometry

KNAUER
Wissenschaftliche Geräte GmbH
Hegauer Weg 38
D-14163 Berlin, Germany

Phone: +49 30 809727-0
Telefax: +49 30 8015010
E-Mail: info@knauer.net
Internet: www.knauer.net

Contents

Inhalt

Using this Manual

This manual refers to the Smartline RI Detectors 2300 and 2400 Firmware Revision 3.0 or higher.

Conventions in this manual

Arrows like this: ←→ , →, used in block diagrams, indicate that the user is asked to press the corresponding arrow keys. The operation of arrow keys is defined as follows:

Cursor up: ▲

Cursor left: ◄ Cursor right: ►

Cursor down: ▼



Important Hints are marked by the marginal hand symbol.



Special warnings are indicated by the marginal warning sign and printed in bold letters.



The marginal lamp symbol indicates helpful advice.

SOP´s in this manual



The **S**tandard **O**perating **P**rocedures (**SOP**) provided with this manual offer a convenient way of structuring complex tasks in the operation of your Detector 2300/2400. They include step-by-step instructions leading the user through all routine tasks during operation. They can be used for documentation purposes and be copied, applied signed, and filed in order to document the performance of the instrument.



Please operate the instrument and all accessories according to instructions and SOP´s in this manual. This ensures accurate results and prolongs the longevity of your equipment.

RI Detector 2300/2400 General Description



Fig. 1 Smartline RI Detector 2300

The refractive index detectors **Smartline RI Detector 2300** and **2400** represent consistent advances in comparison to their very successful predecessors.

By refining the optical bench, crucial parameters such as drift, noise, and temperature stability were noticeably improved.

The design of both Smartline refractive index detectors allows for their use as stand-alone instruments as well as integrated into a Smartline Tower. The eluent connectors are easily accessible as they are located behind the front panel, on which the display and keypad are placed. The redesigned control elements and the enlarged display markedly simplify the operation of these detectors.

The Smartline RI detectors are fully integrated into the KNAUER ChromGate® and EuroChrom® software packages. They can also be easily integrated into any manufacturers' system by utilization of the KNAUER open communication protocol. The connection is flexibly realized by means of the RS-232 interface or the remote control socket.

The KNAUER RI detectors of the Smartline series fulfil all of the needs of modern refractive index detection systems. They are best suited for the detection of substances that do not absorb in the UV range, both in HPLC and gel permeation chromatography (GPC/SEC) applications.

The **Smartline RI Detector 2300** can be used in analytical applications for flow rates up to 5 ml/min. The **Smartline RI Detector 2400** has been developed for flow rates of up to 100 ml/min for semi-preparative use.

Digital data acquisition and control of the auto-zero feature, as well as rinsing functions, can be easily carried out from a PC. An additional analog output also makes it very simple to connect the detectors to an integrator or chart recorder.

Smartline RI Detector 2300 / 2400 – universal detection and an interesting alternative.

The Basic Principle of the RI Detector 2300/2400

Snell's Law (of the refractive index)

$$\frac{\sin\alpha_1}{\sin\alpha_2} = \frac{c_1}{c_2} = \frac{n_1}{n_2} = n$$

Formula 1 Snell's Law

With α_1: angle of incidence
α_2: angle of refraction
c_1: speed of light in medium 1
c_2: speed of light in medium 2
n_1: refractive index medium 1
n_2: refractive index medium 2
n: relative refractive index

Fig. 2 Refraction of light at the transition from medium 1 to medium 2

Snell's law says that at the transition from one medium to another the light is refracted depending on the particular speeds of light and the angle of incidence. At the transition from a medium with lower optical density to a medium with higher optical density the light is refracted towards the perpendicular (lower angle between refracted ray and perpendicular than between incident ray and perpendicular). At the transition from a medium with higher optical density to a medium with lower optical density the light is refracted away from the perpendicular (higher angle between refracted ray and perpendicular than between incident ray and perpendicular).

The speed of light in a medium depends on the wavelength of the light and the density of the medium. Normally, in an RI detector, the wavelength is constant. The density depends on the temperature, pressure and composition of the medium.

Optical Path in the RI Detector 2300/2400

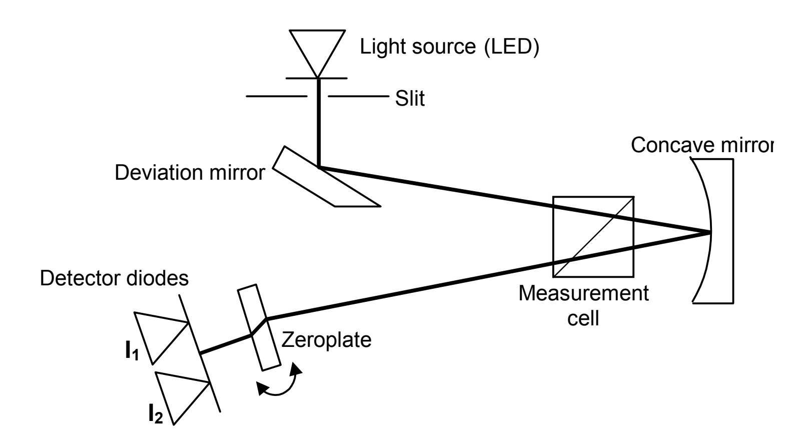


Fig. 3 Optical Path in the RI Detector 2300/2400 (schematically)

A light beam emitted from a LED crosses the sample and the reference cell of the RI Detector twice (see). When both cells contain pure solvent, the system is calibrated to zero by means of a parallel zeroplate that positions the beam on the two detector diodes 1 and 2 in such a manner that the measured light intensities (I_1 and I_2) of the two diodes are virtually identical. When the sample cell contains a solution with a different refractive index, the light beam is geometrically proportionally deflected depending on the relative change of the refractive index (according to Snell´s law).

This results in a change of the light intensities I_1 and I_2, proportional to concentration and refractive index of the sample solution. From these intensity changes the signal value is calculated (as shown in the formulas in section "Calculation of the Signal Value" on page 7) and indicated in the display.

The built in measurement cell of the RI Detector 2300 has a measuring angle of 45°, the cell of the preparative RI Detector 2400 an angle of 15°.

The 45° and 15° measurement cells are interchangeable with the effect that the sensitivity increases approximately by a factor of 3 using the 45° cell. The maximum flow rate will not be influenced by the measuring cell. It depends only on the inner diameter of the capillaries in the device (0.3 mm or 0.7 mm for the Smartline 2300 and 1.0 mm for the Smartline 2400).

Measurements are performed at a wavelength of λ= 950 ± 30 nm. Signal detection and signal processing methods allow the refractive index to be given out in the "online" mode without absorption components. The display of the main menu also allows a permanent control of the detected light quantity. You will find additional information in section "Calculation of the Signal Value". The autozero-range includes the complete measurement range.

Refractive index detectors are universal detectors due to their ability to detect nearly every substance dissolved in the eluent.

Calculation of the Signal Value

The light beam reaches the two detector diodes 1 and 2 (see Fig. 3 on page 6) which deliver the intensity values I_1 and I_2 during measurement, depending on the light beam's deflection. The results of the difference $I_1 - I_2$ and the sum $I_1 + I_2$ are calculated continuously and indicated in the menu SIGNAL.

The value of SIGNAL is calculated with the following formula:

$$SIGNAL = \left\{ \frac{(I_1 - I_2)}{(I_1 + I_2)} + a \right\} * c$$

Formula 2 Signal Value

With		
	$I_1 - I_2$	difference of intensity values
	$I_1 + I_2$	sum of intensity values
	a	constant factor, defined by the function AUTOZERO
	c	constant factor, defined by the function CALIBRT

The signal result, indicated in the menu SIGNAL, is given out to the device outputs. The signal value can theoretically be either positive or negative.



The refractive index is highly temperature dependent. The change per 1 K for pure water is ~ $1x10^{-4}$ RIU and for typical organic solvents is ~ $5x10^{-4}$ RIU.



Refractive index detectors are very sensitive to changing the eluent or it's composition. Therefore this detector type is not to be used for gradient chromatography.

Preparing the RI Detector 2300/2400 for Operation

Unpacking

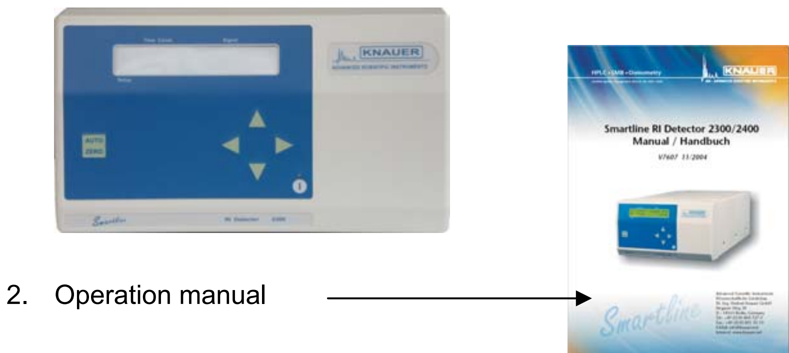
All KNAUER instruments are always packed carefully and safely for transportation. After unpacking, please check the device and accessories thoroughly for any damage that may have occurred during transport. If necessary, put forward any claim for damages to the carrier.

Use the list “Standard delivery” and check if the RI Detector 2300/2400 delivery is complete. Please contact your local dealer or the KNAUER headquarters (sales department) in Berlin, Germany if you are missing something or if you need support.

Remove the transport protection from the display.

Standard Delivery Smartline RI Detector 2300/2400

1. Smartline RI Detector 2300 or 2400 with built-in flow cell



2. Operation manual
3. Power supply cable
4. RS-232 cable (9 pin, female/female)
5. Analog connection cable (cinch/cinch)
6. WAGO connector (8-fold) and mounting device
7. Flat cable (10 conductor)
8. Fittings, sealings, capillary and syringe needle
9. PTFE tubing
10. Syringe (10 ml)



Front and Rear View of the RI Detector 2300/2400

Front Door of the RI Detector 2300/2400

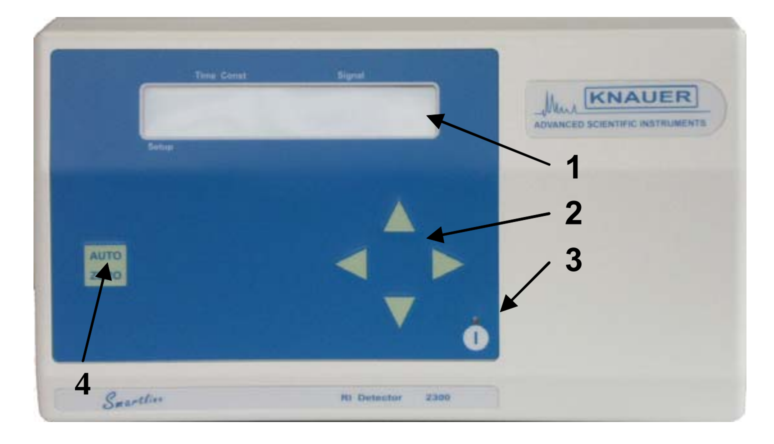


Fig. 4 Front view of the RI Detector 2300/2400

1	Display
2	Control keys (up, down, left, right)
3	Standby key
4	AUTOZERO key

Table 1 Functional elements on the front

The Metal Front Plate (behind the door) of the Smartline RI Detector 2300/2400



Fig. 5 Front view with open door

1	Inlet to the cell (IN)
2	Outlet from the cell (OUT)

Table 2 Functional elements on the front plate

Rear Panel of the Smartline RI Detector 2300/2400



Fig. 6 Rear view of the RI Detector 2300/2400

1	Analog outputs (1V, scalable)
2	RS-232 connector
3	Remote control connectors
4	Serial number
5	Main switch
6	Power connector

Table 3 Functional elements on the rear panel

Power Supply, ON/OFF

The RI Detector 2300/2400 is equipped with a modern switching power supply. This power supply works in a range of 90 - 260 V AC and 47-63 Hz. The instrument can be switched off and on again from the main switch (on the back of the instrument) or the standby key.



Please note that the instrument is not completely switched off when in standby-mode. Only with the main switch can the instrument be completely switched off.

The Detector's Position in a Smartline System

Due to the general temperature sensitivity of detectors, the Smartline RI Detector 2300/2400 should always be the first (lowest) instrument in a Smartline system. The optionally available capillary kits for easy installation will only fit if this rule is followed. Fig. 7 shows a typical Smartline system:

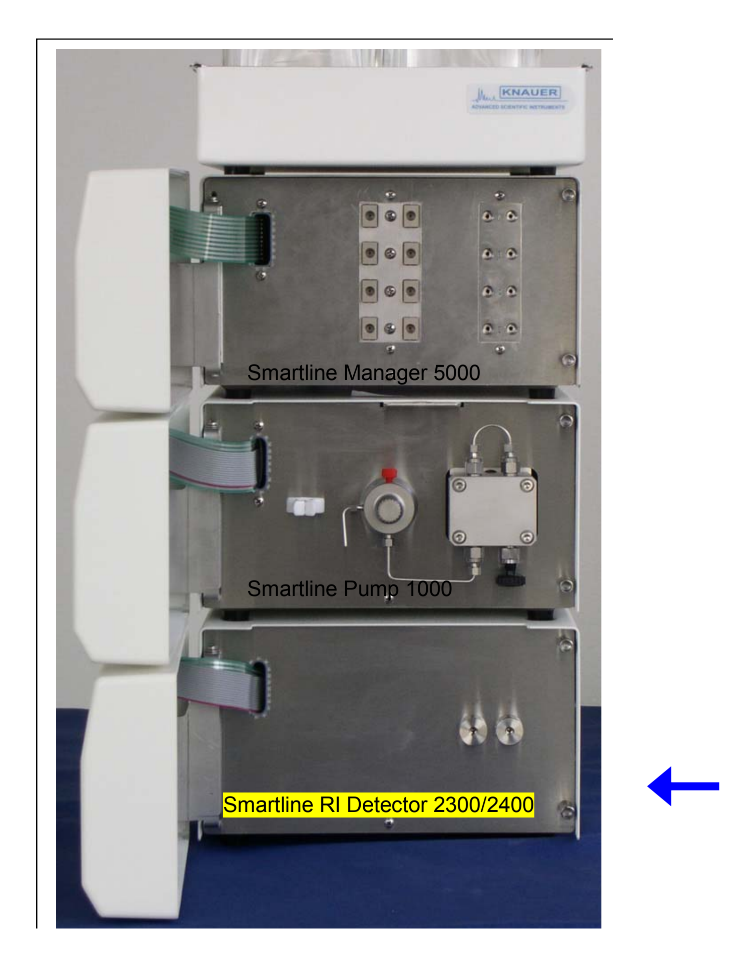


Fig. 7 Smartline System

In the case that a Smartline UV Detector should also be arranged in the tower, the RI detector should always be installed below the UV detector due to it's higher sensitivity to temperature.

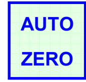
Operating the RI Detector 2300/2400

Function of Foil Keys

The keypad in Fig. 4 consists of four control keys (arrow keys), an AUTOZERO key and the Standby key.

AUTOZERO Key

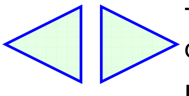
The AUTOZERO key has three different functions:



- Pressing briefly in the main menu will activate the "AUTOZERO function", which sets the measurement signal and the integrator output to zero. This is performed by an appropriate selection of a new constant factor **a** according to Formula 2 on page 7.
- Extended pressing (> 3 s) in the main menu will activate a repositioning of the zeroplate (on page 6). During this operation the message **zeroplate moving** is indicated.
- Repositioning of the zeroplate will also be performed after pressing the AUTOZERO key or when the instrument is switched on if the difference between I_1 and I_2 exceeds a certain preset limit.

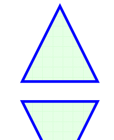
In all other menus pressing the AUTOZERO key will result in an immediate return to the main menu.

Arrow Keys



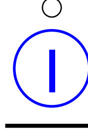
The arrow keys in light green are used for moving the cursor on the display and to confirm settings.

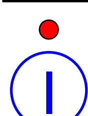
Use the arrow keys ► “right” or ◄ “left” to move from one menu parameter to the other as well as to confirm entered or selected values.



Use the arrow keys ▲ “up” or ▼ “down” to change the selected parameter or its available options.

Standby Key

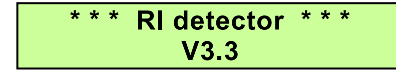




Pressing the standby key for more than two seconds switches the instrument off (only the standby electronics will still be working). In standby mode the red LED integrated into the standby key is on. To switch the instrument on again, the standby key has to be pressed for more than one second. Then the instrument powers up again and the red LED is off.

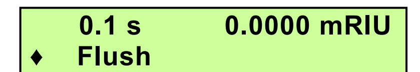
Switching on the Detector

Connect the detector to the power supply cable and switch on the instrument. The power switch is on the rear panel. After switching ON, the display presents briefly information concerning the instrument and the firmware version:



Whenever powering up, the instrument includes a check of the integrator output, an automatic offset correction, an automatic repositioning of the zeroplate and an autozero.

After successfully completing the initial checks the detector is ready for use. In the display the main menu is shown:



After a period of about 10 minutes for additional stabilization, the RI detector is ready to acquire data and the baseline will be stabilized.



Before starting measurements, flush the sample and reference cell with eluent and allow the HPLC system to equilibrate for a sufficient time (min. 15 minutes). After the system has equilibrated the RI detector is ready for data acquisition.

Internal Software Structure

The software is divided in various menus, each of which allows particular settings and operational modes. You reach the single menus by positioning the cursor on the rhombus field ♦ followed by pressing the ▲ or ▼ keys. As indicated in Fig. 8 , the menus will be called up in an endless loop.

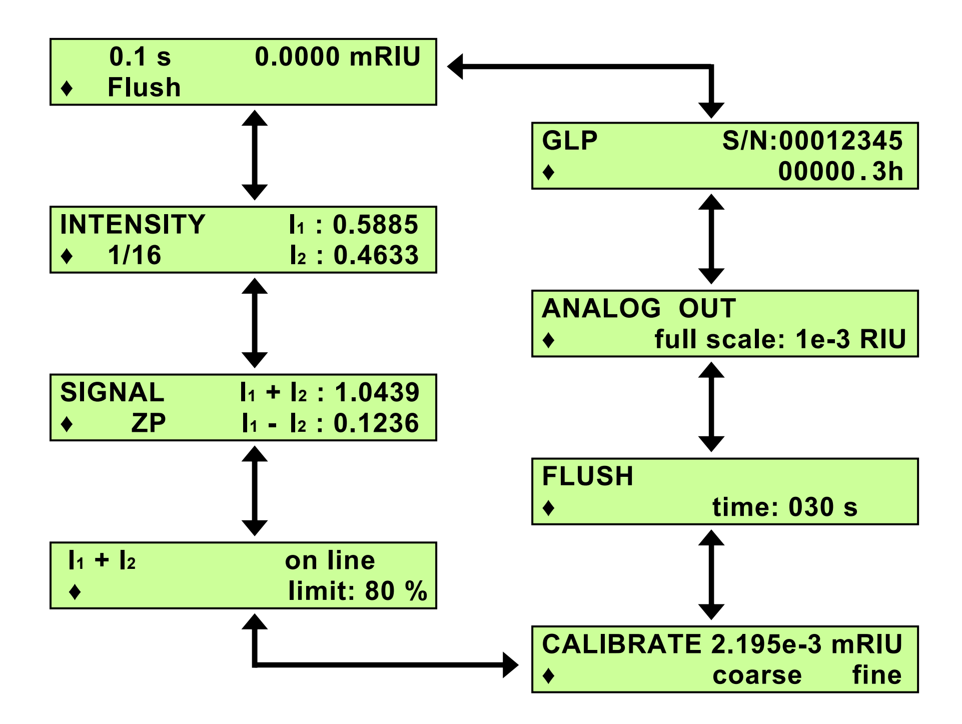
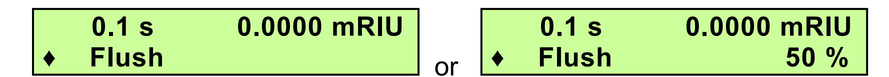


Fig. 8 Menu Sequence of the RI Detector 2300/2400

The single menus will be described here in detail. Inside of any menu the cursor can be moved to the next or previous field using the ► or ◄ keys respectively. There it is possible to increase or decrease the corresponding parameter settings by help of the ▲ or ▼ keys. In some cases you can scroll with the ▲ or ▼ keys through the available options. Moving to another entry field using the ► or ◄ keys results in the changes entered to be confirmed.

Main Menu



The main menu shows the current time constant and signal intensity. Light intensity (in %) is only shown if it falls below the preset value for **limit** (in the **$I_1 + I_2$** menu) otherwise this field is empty.

The currently measured signal intensity is displayed with five digits and a fixed decimal point.

Additionally you can control in the following functions:

Selecting Time Constant

Using the time constant **t** you can achieve a signal smoothing. It's value can be set to **0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5** or **10** seconds. The larger this value is set to, the more the signal will be smoothed. A time constant of 1 s fits most analytical purposes.

If the instrument is controlled by chromatography software, a time constant of 0.1 s is suggested.

Flushing the Reference Cell

You can rinse the reference cell by placing the cursor on **Flush** using the ► or ◄ key, and then activating this function with the ▲ or ▼ key. The duration of flushing can be set in the FLUSH menu by selecting item **time**. The standard setting is 30 sec. Flushing can be manually finished by pressing any key. An activated flushing process is indicated by the disappearance of the cursor in the display.

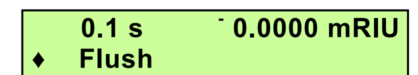
During flushing, sample and reference cell are switched in series such that both cells are rinsed with solvent.



While flushing the reference cell the flow rate should not exceed 3 ml/min for Smartline 2300 or 20 ml/min for Smartline 2400. Otherwise the flush solenoid valve and/or the reference cell may be destroyed.

Signal Inversion

Effective for all outputs, the sign of the signal value can be inverted when the cursor is placed on the signal field using the ► or ◄ key. Press the ▲ or ▼ key and change the signal sign. Signal inversion is shown by a small superscript minus.





For the Smartline RI Detector 2400 (preparative detector) activated signal inversion is the default setting. This is necessary due to a hardware dependent difference in the detector's signal generation.

INTENSITY Menu

INTENSITY	I_1 : 0.5885
♦ 1/16	I_2 : 0.4633

In this menu page the measured intensity values I_1 and I_2 are indicated separately. Please note that the sum cannot be calculated directly from the indicated data, since these single intensities still contain an offset.

A continuously low intensity value can indicate an air bubble or a contamination in the cell. The cells can be rinsed using the function **Flush**.

The value 1/16 below INTENSITY shows the set integration time.

SIGNAL Menu

SIGNAL	$I_1 + I_2$: 1.0439
♦ ZP	$I_1 - I_2$: 0.1236

In this menu the values $I_1 + I_2$ and $I_1 – I_2$, calculated from I_1 and I_2 , are displayed. Best measurement results are achieved if both I_1 and I_2 are close to 0.5, which will result in $I_1 + I_2 \sim 1.0$ and $I_1 - I_2 \sim 0$.

Furthermore, a zeroplate adjustment can be activated by selecting the function **ZP**.

I_1+I_2 Menu

$I_1 + I_2$	on line
♦	limit: 80 %

In menu $\mathbf{I_1 + I_2}$ the following items can be selected:

on line: $I_1 + I_2$ is continuously calculated for every current data point. Thus it is ensured that fluctuating absorption components have no influence on the measurement value. The noise component in the measurement signal increases slightly.

AUTOZERO: $I_1 + I_2$ will be kept constant during the entire measurement. The current intensity of the sum is recalculated after activation of AUTOZERO and saved.

fixed ->1: For the entire duration of measurement $I_1 + I_2$ is defined as 1. This mode corresponds to the detection method of the former KNAUER RI 98.00 types.

limit: By selecting the item **limit** and setting a certain percentage with the ▲ or ▼ key a limit of light intensity is set. If the detected light intensity falls below this limit, it will be displayed in the main menu. Otherwise no light intensity is displayed.

AUTOZERO and Repositioning the Zero Plate

Best measurement results are obtained if the sum of $I_1 + I_2$ is close to 1 (corresponding to a detected light intensity of 100%) and if the difference $I_1 – I_2$ is close to zero. The minimum detected light intensity ($I_1 + I_2$) should always exceed 80%. The intensity values I_1 and I_2 are displayed in the INTENSITY menu.

The electronic function **Autozero** serves for correction of a base line offset due to drift that may be caused by thermal or solvent fluctuations.

Large deviations from the optimum values can be corrected with a zero plate adjustment. First it should be checked if deviations in I_1 and I_2 are caused by an air bubble in the cell. This can be recognized by a very small light intensity $I_1 + I_2$ (displayed in the main menu) or by a big difference in $I_2 < I_1$. An air bubble in the cell can be removed by rinsing with solvent and by using the **Flush** function to flush the reference cell.

During error-free operation, the zero plate adjustment can be activated by selecting the function **ZP** in the SIGNAL menu or by pressing the AUTOZERO key for more than 3 s. If a certain preset difference between I_1 and I_2 is exceeded a zero plate adjustment is performed automatically.

CALIBRATE Menu

CALIBRATE 2.195e-3 mRIU	
♦	coarse fine

In this menu the calibration constant c which is used for signal value calculation (according to Formula 2 on page 5) can be selected. Available settings are in the range of 0.125 up to 128.0 $x10^{-3}$. For changing the setting, place the cursor on the position **coarse** or **fine** using the ► or ◄ key. Now you can select the desired value by means of the ▲ or ▼ key.

With **coarse** the values are doubled or divided by 2, with **fine** you can change the digits in steps of 4 at the third decimal position.

All KNAUER detectors are adjusted in-factory to a standardized sensitivity by comparing measurements with calibrating solutions at T=20° C. The selection of another value for calibration applies to all measurement outputs, and erases/overwrites the previous entry.



Changing the calibration constant c does not affect the signal-to noise ratio !

By selecting this factor you can achieve any calibration for the RI detector. Thus, an absolute calibration by means of a solution with known concentration at a certain temperature can also be performed.

FLUSH Menu

FLUSH	
♦	time: 030 s

In this menu you can define the period of time for flushing the reference cell. The available range is 1…900 s. Place the cursor on the **time** field using the ► or ◄ key and select the desired time with the ▲ **or** key. By pressing the ▼ key you can reach the function **no valve** beyond the value **0**, which is used to deactivate the valve circuit.

Flushing periods of 10...20 s are recommended for flow rates of approx. 1 ml/min. With lower flow rates the use of longer flushing periods is advisable.



While flushing the reference cell the flow rate should not exceed 3 ml/min for the Smartline 2300 or 5 ml/min for the Smartline 2400. Otherwise the flush solenoid valve and/or the reference cell may be destroyed.

ANALOG OUT Menu

ANALOG OUT	
♦	full scale: 1e-3 RIU

The ANALOG OUT menu is used to set the scaling factor of the analog output signals. The maximum output signal is always 1 V. Generally the maximum output signal is 1 V. In accordance with your current conditions you can determine how many RIU correspond to this maximum signal or full scale deflection. The values of 1e-5, 2e-5, 5e-5, 1e-4, 2e-4, 5e-4, 1e-3, 2e-3, 5e-3, 1e-2, 2e-2, 5e-2, 1e-1, 2e-1, 5e-1 or 1e-0 RIU (corresponding to 0.00001, 0.00002, 0.00005, 0.0001, 0.0002, 0.0005, 0.001, 0.002, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 or 1 RIU respectively) are selectable.

GLP Menu

GLP	S/N:00012345
♦	00000.3h

In the GLP menu the instrument’s serial number and operating time are indicated.

Capillary Connection to an HPLC System



Before placing the detector into operation, please make certain that the eluent which will be used is miscible with the one used previously. Otherwise purge the flow cell with a medium miscible with both of the eluents.



Even though the Smartline RI Detector 2300/2400 is very resistant to many kinds of commonly used eluents, you should take care that no eluent or water can get on the instrument's surface or even inside the instrument. Chlorinated hydrocarbons could destroy the varnish and some others (e.g. THF) could loosen the keypad, for example.

SOP 1 Connecting Capillaries

1. Connect the outlet of the HPLC column to the inlet bushing (IN) of the detector.
2. Push the bushing, the clamping ring, and the sealing ring onto the capillary (for standard connections just use the respective bushing and clamping ring). Please take care to note the sequence and orientation of the fittings according to Fig. 12 .
3. Push the capillary as far as possible into the detector's inlet.
4. Fasten the bushing by hand (standard connection: please use the supplied wrench).
5. Connect the detector's outlet (OUT) using a capillary or PTFE tube (ID > 1 mm) to a waste bottle.



Make sure that the detector's capillary input and output connectors (IN/OUT) are not mixed up with each other; otherwise the cell might be damaged.

Flow Schemes

The flow schemes of both RI detectors are shown in the following figures.

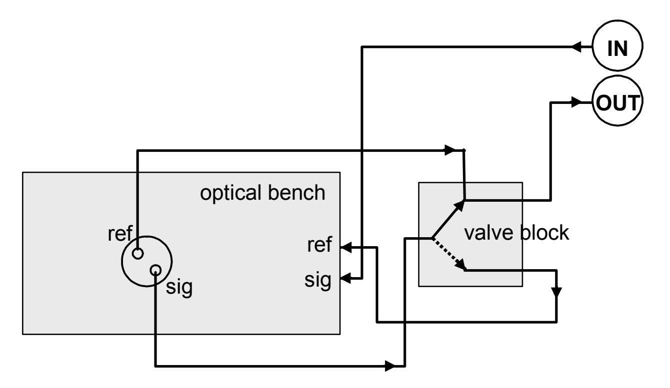


Fig. 9 Flow Scheme of Smartline RI Detector 2300

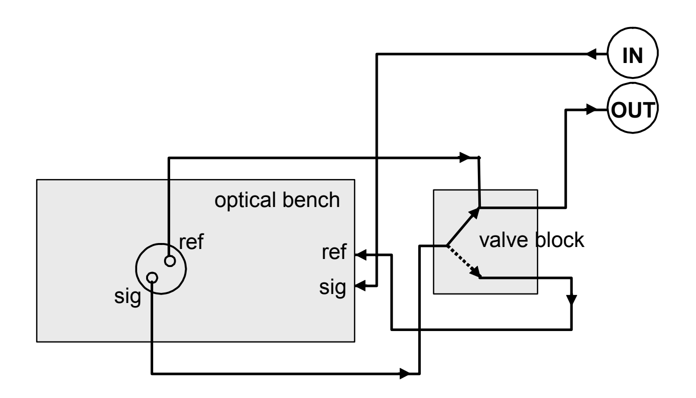


Fig. 10 Flow Scheme of Smartline RI Detector 2400

Capillary Connections

The capillary connections in a simple HPLC system are shown in the following figure.



The measuring cell is made of glass and hence it is very pressure sensitive. The pressure inside the cell must not exceed 2 bar at any time. Higher pressure might destroy the cell. The RI detector should always be the last instrument in an HPLC system. Make sure that no back pressure is built up on the outlet side.



Usage of well degassed eluents is very important for achieving good chromatograms with an RI detector. Degassing ensures a stable baseline and high sensitivity.



Fig. 11 Capillary Connections of the Detector



Use bushings (e.g. DYNASEAL bushings) which keep the dead volume as low as possible and the shortest possible capillary with a small internal diameter.

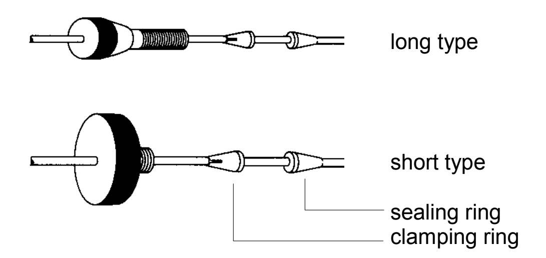


Fig. 12 DYNASEAL Capillary connections

Direct Control of the RI Detector 2300/2400

(stand-alone mode)

Switch the instrument on, keeping in mind the hints given in the section Power Supply, ON/OFF on page 10.



Prior to the first measurement wait for about 15 minutes to let the instrument warm up while the HPLC pump is also switched on (with flow). In case of especially sensitive measurements prolonging this warming up period may be necessary.

The light source (LED) starts automatically whenever the detector is switched on and it is immediately ready for operation. Due to the extremely long lifetime it is not possible (and not necessary) to switch off the light source (only if the detector is switched off via the main switch or the standby key).

Set the appropriate time constant in the main menu.

In principle, now your RI detector is ready to take simple chromatograms. The signal is put out for example at the analog output (1V) on the detector's rear panel.

Output options: The output of the absorption signals can be configured. Move the cursor to the signal field. Choose between different options by pressing the ▲ **or** ▼ any key. Options are:

1) **Normal signal** (normal presentation)
2) **Signal inversion** (indicated by a small superimposed minus sign).

Software Control of the RI Detector 2300/2400

Operating the Smartline RI Detector 2300/2400 within an HPLC system controlled by one of the KNAUER software packages EuroChrom® for Windows or ChromGate® is very easy.

The Smartline RI Detector 2300/2400 is supported by EuroChrom® version 3.05 and higher and ChromGate® version 3.1 and higher.

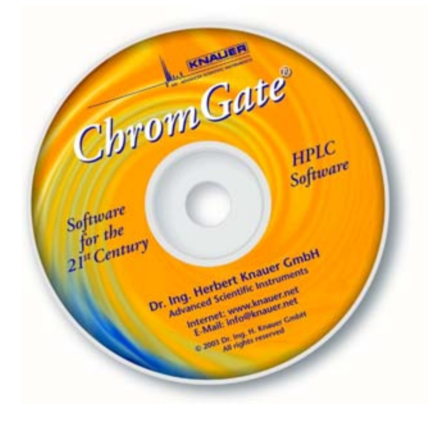


Fig. 13 ChromGate® HPLC Software

For more detailed information about the software, it's features and how to work with it, please have a look into the particular software manual.

RS-232 Serial Interface

The RS-232 serial interface on the rear side of the device enables digital data transfer between the RI Detector 2300/2400 and a PC equipped with HPLC software (EuroChrom® or ChromGate®). Please connect this interface directly or if necessary via an interface multiplier to a **COM Port** of your computer. In addition, the start contact (trigger) of a manual injection valve or an autosampler may be connected to START and GROUND of the remote control socket.

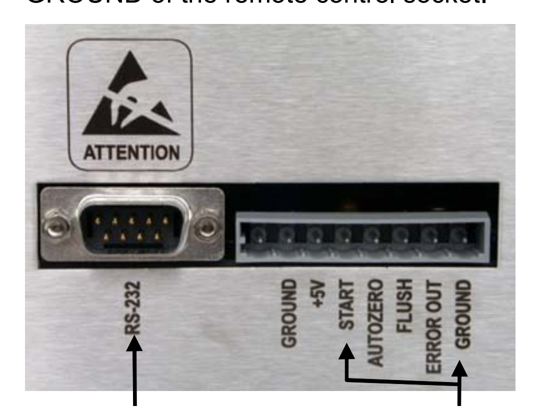


Fig. 14 RS-232 Interface and Remote Control Socket

Interface protocol

To control the Smartline RI Detector 2300/2400 with a non-KNAUER software via RS-232, the interface protocol is available from KNAUER upon request.

Connecting other Instruments to the RI Detector 2300/2400

Using the remote control socket

The remote control socket, which serves to send or receive signals from other instruments, is located on the rear panel of the Smartline RI Detector 2300/2400. For example start signals from an injection valve or an autosampler can be put to the START input. All voltages have to be mounted between GROUND and the corresponding intput or output.



Please avoid touching the electrical contacts of the socket lines. Electrostatic discharges when touching the contacts could damage the electronics of the device.

Connections to the remote control socket

Two of the eight positions on the remote control socket are **ground** connections, one is for ERROR OUT and three serve as control connections:

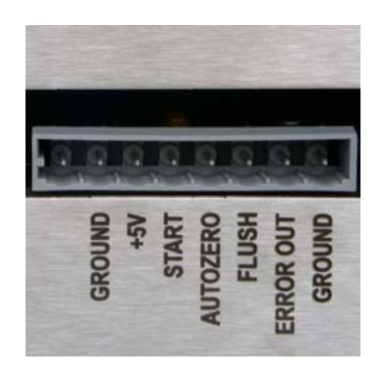


Fig. 15 Remote Control Connections

GROUND GROUND for all inputs and outputs.

+5V **Caution! This connection is not to be used. It serves for service purposes only.**

START A short circuit to GROUND puts through the start signal (Trigger) to the HPLC software (if connected via RS 232 and supported by the software).

AUTOZERO A Short circuit to GROUND triggers an Autozero signal. Measurement restarts after the signal is switched off.

FLUSH A Short circuit to GROUND causes activation of the flush solenoid valve for a preset period of time. Sample and reference cell are switched in series and both will be flushed. A permanent short circuit, duration >2s, activates this function as long as the signal will be present.

ERROR OUT An error signal is activated as long as the error is shown on the display, for example in case of a *signal overflow* (error: +5 V, no error: 0 V).

GROUND GROUND for all inputs and outputs.

Assembling WAGO Plugs

For the electrical connections to other instruments via the remote control strip enclosed 8-fold WAGO plug strips are used. They may be mounted as follows.

SOP 2 Assembling WAGO plugs

1. Insert the rounded end of the lever latch into the square opening of the selected connector of the plug.
2. Press the lever down as indicated by the arrow.
3. Insert the non insulated end of the cable into the opening under the lever.
4. Release the lever and remove the lever latch from the plug.

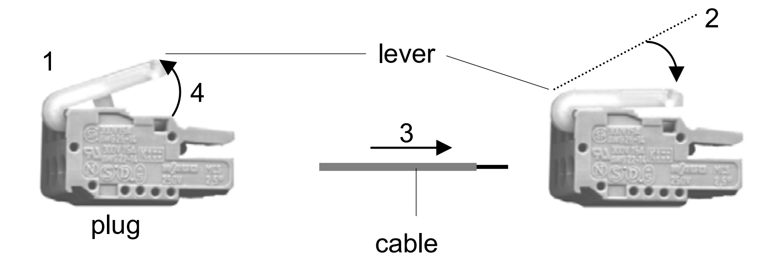


Fig. 16 Assembling WAGO plugs

The cable is now firmly anchored in the plug.

The Integrator Output



Fig. 17 Integrator output

The integrator output supplies the current signal value as an analog voltage (max. 1 V). In the ANALOG OUT menu the signal can be scaled in 16 steps (see ANALOG OUT Menu on page 16). The integrator output is connected to other instruments with the analog connection cable (Cinch-Cinch) or other special connection cables (not supplied with the detector).

Grounding the Signal Cable

The signal output of the RI detector can either be grounded via the two outputs „GROUND“ or the shielding of the analog output. The device’s ground is not connected to the signal ground. Signal grounding should be performed preferably via the analog output to the grounded integrator. A multiple connection to ground (simultaneous grounding via GROUND and analog output) has to be avoided. It could induce noise loops that may lead to disturbed measurement results.

Simple Maintenance



Especially for routine checks of the instruments you may use the KNAUER OQ-documents (available from your local dealer). An automated OQ-check is available with KNAUER ChromGate® Software (from V3.1 and upwards).

Insufficient Light Intensity

If light intensity falls below the preset limit the display shows the most recent intensity value (%). In case the detector is in **on line** mode (menu $I_1 + I_2$) the light intensity can not directly influence the measurement value. However the noise increases as the light intensity decreases.

Low light intensity might be caused by:

Cause	What to do
IR absorption of the eluent	Use a different eluent
Bubbles in the measuring cell	Flush the measuring cell
Dirty measuring cell	Clean or replace the measuring cell
Leaking cell	Remove the measuring cell, make sure that no liquid is left inside the detector, reinstallt he cell and new seals

Removing Measurement Cell

Removing the measurement cell is required for cleaning or for exchange. Removing and reinstalling the cell should be done by authorized service personnel only, although it can be performed by experienced users.



Remove the power plug at the rear side of the detector before opening the housing! Inside the instrument electrical connections are located carrying high voltage which may damage your health.

SOP 3 Removing the Measurement Cell of RI Detector 2300

1. Unplug the power supply cable.
2. Empty the measurement cell of all liquid according to SOP 7.
3. Loosen the six housing screws on the side panels of the housing.
4. Take off the housing pulling upwards.
5. Locate the measurement cell inside the housing. The measurement cell is installed on the optical bench from above and is fastened as shown in Fig. 18 and Fig. 20 by means of a cap.

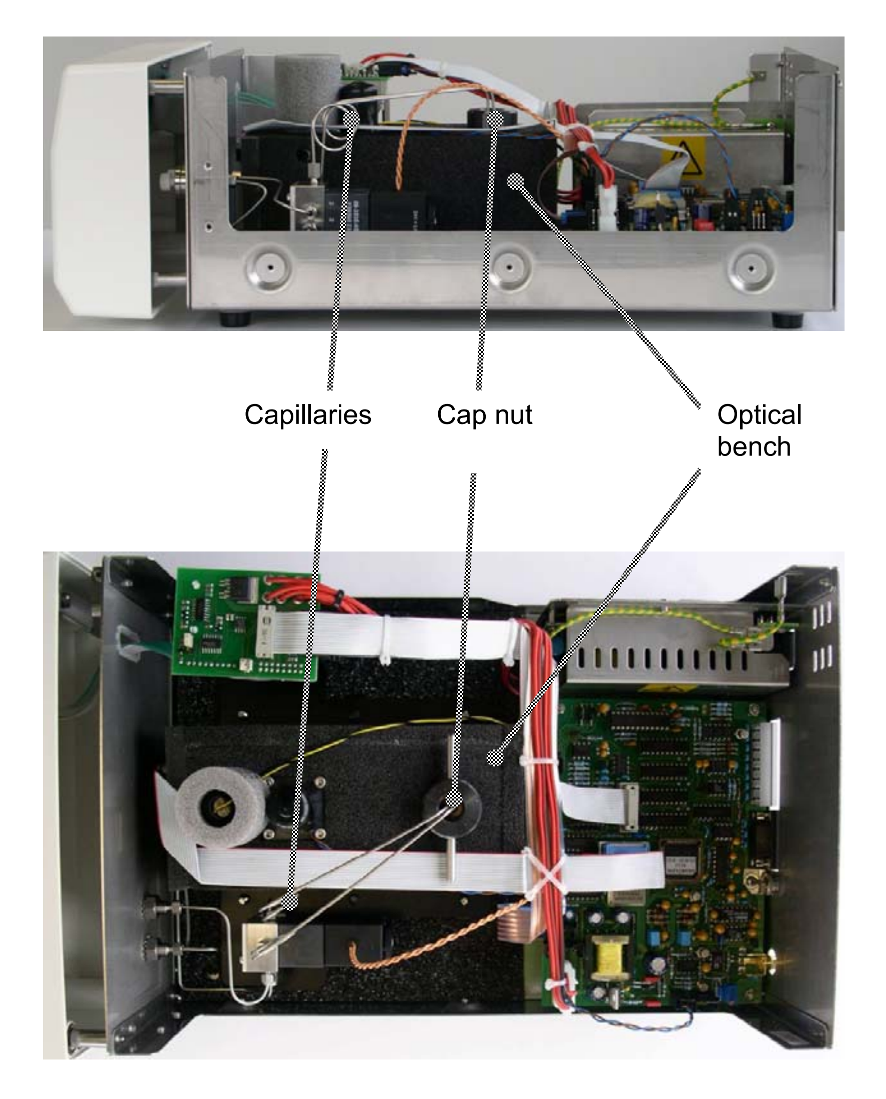


Fig. 18 *Site of Measurement Cell in RI Detector 2300*

6. Loosen the cap nut and lock washers.
7. Pull out the cap nut together with lock washers and cell cover.
8. Pull the measurement cell unit out of the housing.

You can clean the measurement cell in an ultrasonic bath filled with a suitable cleaning solution, or install a new one.

SOP 4 Removing the Measurement Cell of RI Detector 2400

1. Unplug the power supply cable.
2. Empty the measurement cell of all liquid according to SOP 7.
3. Loosen the six housing screws on the side panels of the housing.
4. Take off the housing pulling upwards.
5. Locate the measurement cell inside the housing. The measurement cell is installed on the optical bench from above and is fastened as shown in Fig. 19 and Fig. 21 by means of four spring-loaded screws.
6. Loosen the four recessed head screws with springs.
7. Pull out the four screws together with springs and cell cover.
8. Pull the measurement unit out of the housing.

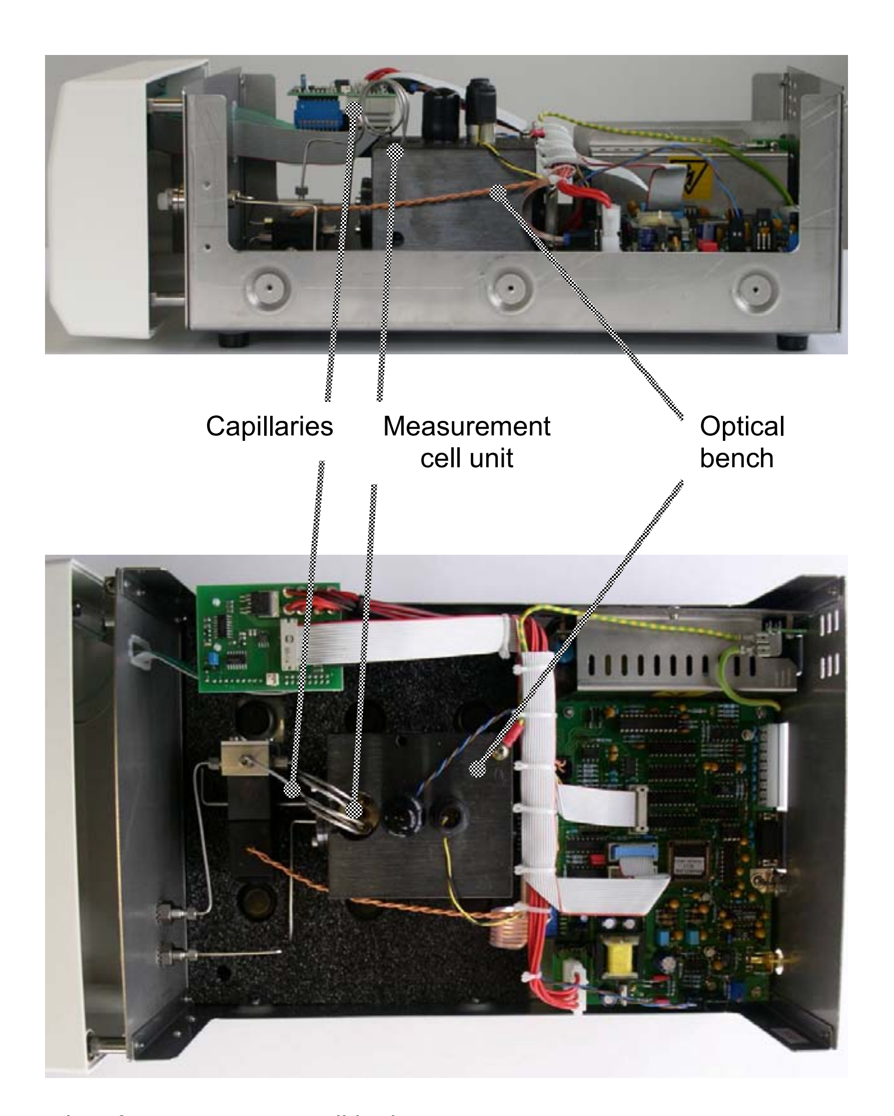


Fig. 19 Site of Measurement Cell in the RI Detector 2400

You can clean the measurement cell in an ultrasonic bath filled with a suitable cleaning solution, or install a new one.

Installing the Measurement Cell

Make sure that all parts are properly functioning before installing.



It is recommended to use a new set of seals whenever installing a cell.

SOP 5 Installing the Measurement Cell of RI Detector 2300

1. Put the lower seals over the capillaries' ends in the cell ground, taking the bevels into consideration.
2. Insert the measurement cell, considering it's position (see) into the housing. The writing KNAUER has to be situated on the upper side.

3. Put the upper seals over the capillaries' ends in the cell cover, taking the bevels into consideration. Insert the cover, having the flat side directed toward the instrument's front.
4. Put in the lock washers and screw the cap nut into the optical bench. Screw tight the cap nut by hand.



Tightening the cap nut too weakly can result in leakage of the measurement cell. Tightening the cap nut too tightly can lead to a direct contact of the capillaries to the cell, resulting in damage to the cell.

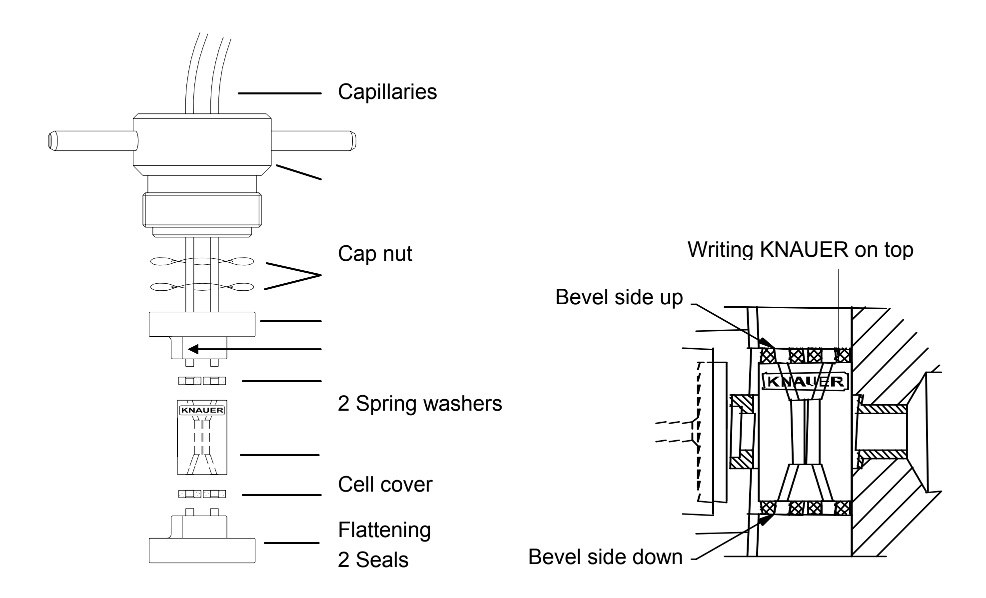


Fig. 20 Layout of 45° Measurement cell (left) and Orientation on the Optical Bench (right) (RI Detector 2300)

5. Put the housing back on the instrument, and tighten the six screws.

SOP 6 Installing the Measurement Cell of RI Detector 2400

1. Put the lower seals over the capillaries' ends in the cell ground, taking the bevels into consideration.
2. Insert the measurement cell, considering it's position (see) into the housing. The KNAUER writing of the preparative cell has to be situated on the bottom side.
3. Put the upper seals over the capillaries' ends in the cell cover, considering the bevels. Insert the cover, having the flat side directed toward the instrument's front.
4. Put in the springs, washers and the four screws, and screw them into the optical bench.
5. Screw the four recessed head screws tightly.



Tightening the screws too weakly can result in leakage of the measurement cell. Tightening the screws too tightly can lead to a direct contact of the capillaries to the cell, resulting in damage to the cell.

6. Put the housing back on the instrument, and tighten the six screws.

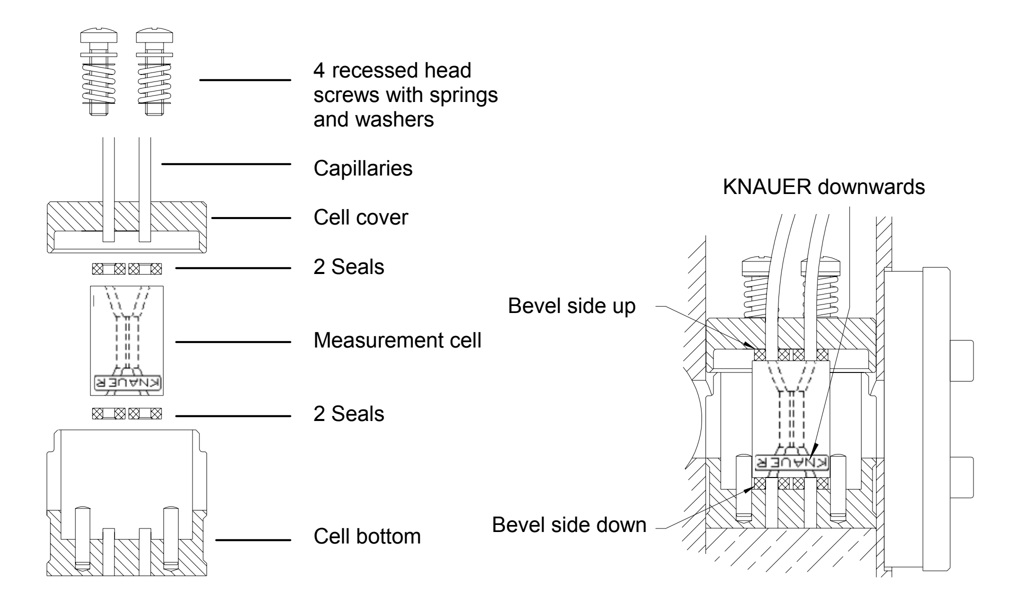


Fig. 21 Layout of 15° measurement cell (left); and orientation on the optical bench (right)

Checking the Calibration

The RI detectors are calibrated by the manufacturer using an aqueous solution of citric acid (10mg/ml) against deionized water, resulting in a measured value of $1.147x10^{-3}$ RIU at a room temperature of about 23°C. An aqueous solution of glucose monohydrate (8.28mg/ml) can also be used for checking the calibration. This results in a relative refractive index of $1x10^{-3}$ RIU at 20°C (against deionized water) .

Shut Down

To shut down the RI Detector 2300/2400 for longer periods, the measurement and reference cells must be emptied according to the following SOP:

SOP 7 Emptying the measurement cell

1. Activate the Flush function in the main menu. Make sure that the selected duration for flushing is long enough to complete steps 2 to 5. Activate the function flush repeatedly, if necessary.
2. Fill solvent into the measurement cell using a 10 ml syringe
3. Carefully press air into the measurement cell using a 10 ml syringe
4. Fill acetone into the measurement cell using a 10 ml syringe
5. Carefully press air into the measurement cell using a 10 ml syringe
6. Close the connections on the front panel of the instrument by means of suitable fittings.



Buffer solutions can damage the detector cells after only a few hours. Therefore make sure that no buffer solution will remain inside the cells after shutting down the RI detector, even for a short time or overnight.

Error Messages

Error Messages and their Reasons

Error Message	Probable Cause	Solution
Error Moving Zero Plate	Repositioning the zero plate is not possible due to a bubble in sample or reference cell.	Flush sample and reference cell several times. Please use for example methanol or water methanol mixtures instead of pure water. Check I_1 and I_2 and follow the instructions in ‚AUTOZERO ' on page 15.
	Dirty measurement cell	Please clean the cell.
	Repositioning the zero plate is not possible due to a malfunction.	Please contact KNAUER service depatment.
Signal Overflow	Excessive light intensity in sample or reference cell	Please flush sample and reference cell again and press the AUTOZERO key.

Table 4 Error Messages

Other problems and possible causes

Problem	Probable Cause	Solution
light intensity is too low (80 % or less)	A bubble in sample or reference cell.	Flush sample and reference cell several times. Please use for example methanol or water methanol mixtures instead of pure water. Check I_1 and I_2.
	Dirty cell	Clean the cell.
	Leaking cell	Remove the leak.
Sensitivity is too low	Dirty cell	Clean the cell.
	Calibration not ok	Calibrate the detector.
Baseline spikes	Bubbles	Look for a leak on the pump's inlet.
		Use a degasser.
		Flush the cell at a high flow rate
High drift	Instrument needs to warm up	Wait until the instrument has warmed up.
	Temperature fluctuations	Work at constant temperature.
	Leaking cell	Remove the leak.
	Leaking valve	Remove the leak.
High noise	Light intensity is too low	See above.
	Electrostatic or electrical interference	Try to prevent electrostatical interference and check grounding of the instruments. It might help to connect the instrument to a different electrical circuit.
	A bubble in the sample or reference cell.	See above.
	Periodic interferences (only when the pump is running)	Try to reduce the pulsation, for example with a pulse dampener.
	Periodical interferences caused by dripping of the eluent from the outlet capillary's end.	Put the outlet capillary's end into the solvent.
	Dirty cell	Clean the cell.

Table 5 Other Problems

Materials

Materials that get in Contact with the Eluent

Material	Detector Component
Stainless steel (1.4401)	Capillaries and connections
Quartz glass	Cell (sample and reference)
PTFE with 25 % glass fibers	Sealing of the cell
FFKM perfluor elastomer	Sealing of the valve
PEEK	valve

Table 6 Materials that Come in Contact wit the Eluent

Spare Parts and Accessories

Measuring Cells for Smartline RI Detector 2300/2400

A0287 15° Measuring cell

A0294 45° Measuring cell

A0277 set of 10 sealings for the measuring cell

Spare Parts and Accessories, Order Numbers

M1479 Power supply cable

A0895 RS-232 connection cable (9 pin, female/female)

M0205 WAGO plug strip (8 pin)

M0156 WAGO lever latch

M1588 Analog connector cable

G1023 Integrator cable

A1467 10 pin ribbon cable

A0145 Fittings (PETP) with cone (10 pieces)

A0141 Fittings (PETP) (10 pieces)

A0139 Sealing ring (30 pieces)

P9011 Capillary ID 0.7 x 40 mm

M1551 Luer-Lock syringe needle 1.5 x 50 mm

N0102 Syringe (plastic) 10 ml

A0153 PTFE tubing ID 1.5 x 3000 mm

U0317 PTFE tubing ID 0.35 mm



A1021 Dynaseal fittings 1/16" short (10 pieces)

A0484 Clamping ring 1/16" (4 pieces)

A0139 Ferrule (sealing ring) 1/16", PETP (30 pieces)

A1062 Ferrule (sealing ring) 1/16", PEEK (10 pieces)

A1022 Combined seal. and clamp. ring 1/16", PETP (10 pieces)

A1070 Combined seal. and clamp. ring 1/16", PEEK (10 pieces)

Technical Data

	Smartline 2300 (analytical)	**Smartline 2400** (preparative)
Measurement angle	45°	15°
Refractive index (range)	1.00 – 1.75 RIU	1.00 – 1.75 RIU
Cell volume	15 µl	9 µl
Measurement range	$\pm$ 1 x 10^{-3} RIU	$\pm$ 2 x 10^{-3} RIU
Sensitivity	3 x 10^{-8} RIU	4 x 10^{-7} RIU
Noise	$\leq \pm$ 1.5 x 10^{-8} RIU	$\leq \pm$ 2 x 10^{-7} RIU
Wavelength	950 $\pm$ 30 nm	950 $\pm$ 30 nm
Capillary ID inlet: sample cell: reference cell: outlet:	 0.3 mm 1.0 mm 1.0 mm 0.7 mm	 1.0 mm 1.0 mm 1.0 mm 1.0 mm
Maximum flow rate	5 ml/min	100 ml/min
Time constant	0.1 0.2 0.5 1.0 2.0 5.0 und 10 s	0.1 0.2 0.5 1.0 2.0 5.0 und 10 s
Scalable integrator output	$\pm$ 1.0 V , 16 steps	$\pm$ 1.0 V , 16 steps
Autozero range	Full range	Full range
Display	LCD, 2 x 24 digits	LCD, 2 x 24 digits
Control	RS 232 interface, analog output, remote connector, keypad	RS 232 interface, analog output, remote connector, keypad
Special features	Integrated flush valve for rinsing the reference cell	Integrated flush valve for rinsing the reference cell
Power supply	90-260 V, 47-63 Hz, 30 VA	90-260 V, 47-63 Hz, 30 VA
Dimensions (W x H x D)	226x135x390mm	226x135x390mm
Weight	8 kg	8 kg
GLP-report	Operating hours, serial number	Operating hours, serial number

Hinweise zum Gebrauch des Handbuchs

Dieses Handbuch bezieht sich auf den Smartline RI Detector 2300/2400 der Firmwareversion 3.3 oder höher.

Konventionen in diesem Handbuch

Pfeile wie diese: ◁ ▷, verwendet in Blockdiagrammen, bedeuten, dass der Anwender aufgefordert ist, die entsprechende Pfeiltaste zu betätigen. Die Wirkung der Pfeiltasten ist wie folgt definiert:

Pfeiltaste hoch: ▲

Pfeiltaste links: ◄ Pfeiltaste rechts: ►

Pfeiltaste runter: ▼



Wichtige Hinweise werden in der Marginalspalte durch das Hinweissymbol kenntlich gemacht.



Besondere Warnhinweise und Hinweise auf mögliche Probleme sind mit dem Warnsymbol gekennzeichnet.



Ein nützlicher Tipp wird in der Marginalspalte durch das Lampen-Symbol hervorgehoben.

SOP's in diesem Handbuch



Die Standardarbeitsanweisungen (**S**tandard **O**perating **P**rocedures, **SOP**) dieses Handbuches ermöglichen die Strukturierung zusammenhängender Aufgaben beim Betrieb Ihres **Smartline RI Detector 2300/2400**. Sie beinhalten schrittweise Anweisungen, die den Anwender durch alle Aufgaben führen. Sie können gleichfalls zu Dokumentationszwecken genutzt werden. Sie können kopiert, angewendet, unterzeichnet und abgelegt werden, um so die Leistungsfähigkeit Ihres Gerätes zu dokumentieren.



Bitte betreiben Sie das Gerät inklusive Zubehör gemäß der SOPs in diesem Handbuch. Andernfalls können fehlerhafte Messergebnisse, Beschädigungen oder gesundheitliche Beeinträchtigungen des Anwenders eintreten, obwohl dieses Gerät außerordentlich robust und betriebssicher ist.

RI Detector 2300/2400 Allgemeine Beschreibung



Abb. 1 Smartline RI Detector 2300

Die Brechungsindexdetektoren **Smartline RI Detector 2300** bzw. **2400** stellen konsequente Weiterentwicklungen ihrer erfolgreichen Vorgänger dar.

Durch Überarbeitung der optischen Bank konnten Drift, Rauschen und Temperaturstabilität merklich verbessert werden.

Das Design der Smartline RI-Detektoren ermöglicht ihren Einsatz sowohl als Einzelgerät, als auch optimal eingebunden in einen Smartline-Tower. Hinter der weit öffnenden Fronttür mit integriertem Display und Tastenfeld befinden sich die sehr gut zugänglichen Eluentenanschlüsse. Die übersichtlichen Bedienelemente und das vergrößerte Display gewährleisten die einfache Bedienung der Geräte.

Die Smartline RI-Detektoren sind voll in die KNAUER ChromGate® und EuroChrom® Softwarepakete integriert. Sie können z. B. mit Hilfe des offenen Kommunikationsprotokolls auch sehr leicht in Systeme anderer Hersteller integriert werden. Der Anschluss erfolgt dabei flexibel über die RS-232-Schnittstelle oder die Fernsteuerleiste.

Die KNAUER RI-Detektoren der Smartline-Reihe erfüllen sämtliche an eine moderne Brechungsindex-Detektion gestellten Anforderungen und sind für Bestimmungen von nicht UV-absorbierenden Substanzen in HPLC und Gelpermeationschromatografie (GPC/SEC) bestens geeignet.

Der **Smartline RI Detector 2300** kann im analytischen Bereich bis zu einer Flussrate von 5 ml/min betrieben werden. Der **Smartline RI Detector 2400** wurde für Flussraten bis 100 ml/min im semi-präparativen Einsatz entwickelt.

Die digitale Datenaufnahme und Steuerung des Autozero, sowie der Spülfunktionen sind per PC möglich. Über den zusätzlichen Analogausgang finden die Detektoren auch an Integrator, Schreiber oder andere Geräte zur analogen Datenaufnahme leicht Anschluss.

Smartline RI Detector 2300 / 2400 – universelle Detektion und eine interessante Alternative.

Prinzipbeschreibung des RI Detector 2300/2400

Brechungsgesetz von Snellius

$$\frac{\sin\alpha_1}{\sin\alpha_2} = \frac{c_1}{c_2} = \frac{n_1}{n_2} = n$$

Formel 1 Snellius'sches Brechungsgesetz

Mit α_1: Einfallswinkel
α_2: Ausfallswinkel (Brechungswinkel)
c_1: Lichtgeschwindigkeit in Medium 1
c_2: Lichtgeschwindigkeit in Medium 2
n_1: Brechzahl Medium 1
n_2: Brechzahl Medium 2
n: relative Brechzahl

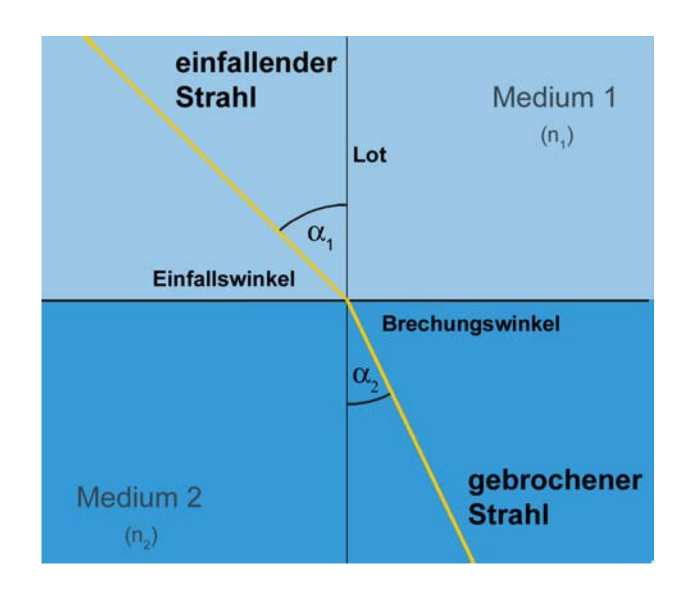


Abb. 2 Lichtbrechung beim Übergang von Medium 1 nach Medium 2

Das Brechungsgesetz von Snellius sagt aus, dass das Licht beim Übergang zwischen zwei Medien, in Abhängigkeit von den jeweiligen Ausbreitungsgeschwindigkeiten und dem Einfallswinkel gebrochen wird. Beim Übergang vom optisch dünneren zum optisch dichteren Medium wird der Lichtstrahl zum Einfallslot hin gebrochen. Beim Übergang vom optisch dichteren ins optisch dünnere Medium findet eine Brechung vom Einfallslot weg statt.

Die Ausbreitungsgeschwindigkeit des Lichts in einem Medium ist von der Wellenlänge des Lichts und der Dichte des Mediums abhängig. Die Wellenlänge ist im RI Detektor in der Regel stabil, die Dichte ist von Temperatur, Druck und Zusammensetzung des Mediums abhängig.

Optischer Weg im RI Detector 2300/2400

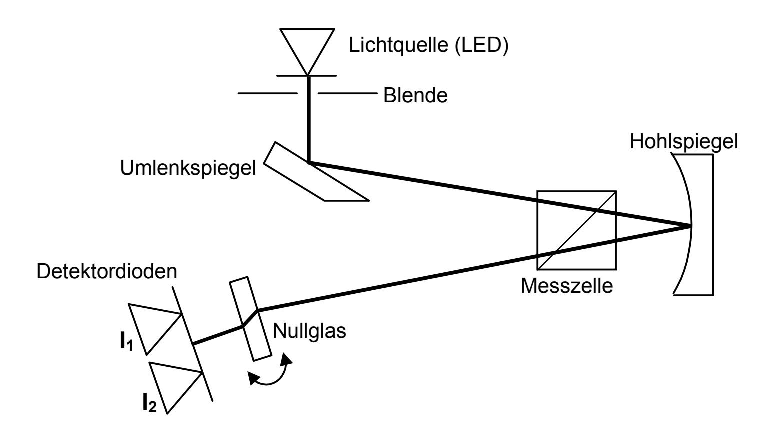


Abb. 3 Strahlengang im RI Detector 2300/2400 (schematisch)

Im Strahlengang des RI Detektors, tritt ein Lichtstrahl zweimal durch die Proben- und Referenzzelle. Wenn in beiden Zellen reines Lösungsmittel ist, wird mit einer planparallelen Nullglasplatte hinter der Messzelle sichergestellt, dass die gemessene Lichtintensität auf den benachbart angeordneten Detektordioden 1 und 2 annähernd gleich ist. Bei Eintritt einer Flüssigkeit mit einem abweichenden Refraktionsindex in die Probenzelle, wird der Lichtstrahl geometrisch proportional zur relativen Änderung des Refraktionsindex (gemäß dem Snellius´schen Brechungsgesetz, s. Formel 1) abgelenkt.

Damit ändern sich die Intensitätswerte I_1 und I_2 proportional zu Konzentration und Refraktionsindex der Probenflüssigkeit. Aus diesen Intensitätsänderungen wird dann mit der im Abschnitt „Berechnung des Signalwertes“ auf Seite 38 angegebenen Formel der Signalwert berechnet und ausgegeben.

Der RI Detektor 2300 wird mit der eingebauten Messzelle mit einem Messwinkel von 45° betrieben. Beim präparativen Detektor 2400 beträgt der Messwinkel 15°.

Die 45° und 15° Messzellen sind gegenseitig austauschbar. Die Empfindlichkeit ist bei Verwendung der 45° Zelle ungefähr um den Faktor 3 höher. Die maximalen Flussraten werden durch die Messzellen nicht beeinflusst. Sie hängen nur vom Innendurchmesser der Kapillaren im Gerät ab (0,3 und 0,7 mm beim Smartline 2300 und 1,0 mm beim Smartline 2400)

Die zur Messung verwendete Wellenlänge beträgt λ = 950 ± 30 nm. Die Art der Signalaufnahme und -weiterverarbeitung stellt sicher, dass der Refraktionsindex in der Betriebsart „Online“ ohne Absorptionsanteile ausgegeben wird. Die Anzeige im Hauptmenü des Gerätes ermöglicht auch eine ständige Überwachung der detektierten Lichtmenge. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Abschnitt „Berechnung des Signalwertes“. Der Autozero-Bereich umfasst den gesamten Messbereich.

Brechungsindexdetektoren sind universelle Detektoren, da sie prinzipiell jede im Eluenten gelöste Substanz detektieren können.

Berechnung des Signalwertes

Der Messstrahl trifft auf die zwei nebeneinander angeordneten Detektordioden 1 und 2 (siehe Abb. 3), die während der Messung, je nach Ablenkung des Messstrahles, die Intensitätswerte I_1 und I_2 ausgeben. Die Werte der Differenz $I_1 - I_2$ und der Summe $I_1 + I_2$ werden fortlaufend berechnet und im Menü SIGNAL angezeigt.

Der Wert für SIGNAL wird mit folgender Formel berechnet:

$$\text{SIGNAL} = \left\{ \frac{(I_1 - I_2)}{(I_1 + I_2)} + a \right\} * c$$

Formel 2 Signalwert

Mit
$I_1 - I_2$ Differenz der Intensitätswerte
$I_1 + I_2$ Summe der Intensitätswerte
a durch die Funktion AUTOZERO bestimmte Konstante
c durch die Funktion CALIBRT bestimmte Konstante.

Der im Menü SIGNAL angezeigte Wert ist identisch mit dem an den Geräteausgängen ausgegebenen Werten. Der angezeigte Signalwert kann theoretisch sowohl positiv als auch negativ sein.



Der Refraktionsindex ist stark temperaturabhängig. So beträgt die Änderung je Grad K für reines Wasser ~ $1\text{x}10^{-4}$ RIU und für übliche organische Lösungsmittel ~ $5\text{x}10^{-4}$ RIU.



Brechungsindexdetektoren reagieren ebenfalls sehr stark auf Wechsel des Eluenten oder dessen Zusammensetzung. Diese Detektoren sind daher prinzipiell nicht für Gradientenchromatographie geeignet

Vorbereitung des RI Detector 2300/2400

Auspacken

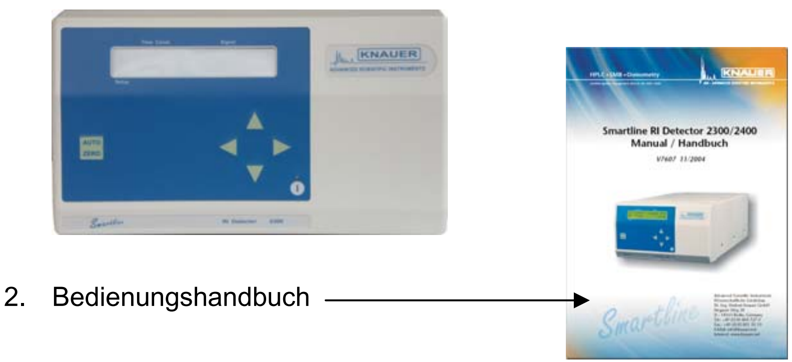
Alle KNAUER-Geräte werden ab Werk sorgfältig und sicher für den Transport verpackt. Prüfen Sie dennoch nach dem Auspacken alle Geräteteile und das Zubehör auf mögliche Transportschäden und machen Sie ggf. Schadenersatzansprüche sofort beim Transportunternehmen geltend.

Bitte überprüfen Sie anhand der Packliste das Zubehör auf Vollständigkeit. Sollte trotz unserer sorgfältigen Ausgangskontrollen ein Teil fehlen, wenden Sie sich bitte an den Verkäufer oder die Knauer Zentrale in Berlin (Verkaufsabteilung).

Entfernen Sie den Transportschutz vom Display.

Lieferumfang Smartline RI Detector 2300/2400

1. Smartline RI Detector 2300 oder 2400 mit eingebauter Messzelle



2. Bedienungshandbuch
3. Netzanschlusskabel
4. RS-232 Kabel (9-polig, Buchse/Buchse, „Nullmodem“)
5. Analoganschlusskabel (Cinch/Cinch)
6. ‚Wago’-Steckerleiste (8-polig) Hebeldrücker und Hinweisblatt
7. Flachbandkabel (10-polig)
8. Verschraubungen, Dichtring, Kapillarrohr und Kanüle
9. PTFE-Schläuche
10. Einmal-Spritze (10 ml)



Funktionselemente an der Vorder- und Rückseite

Die Fronttür des Smartline RI Detector 2300/2400

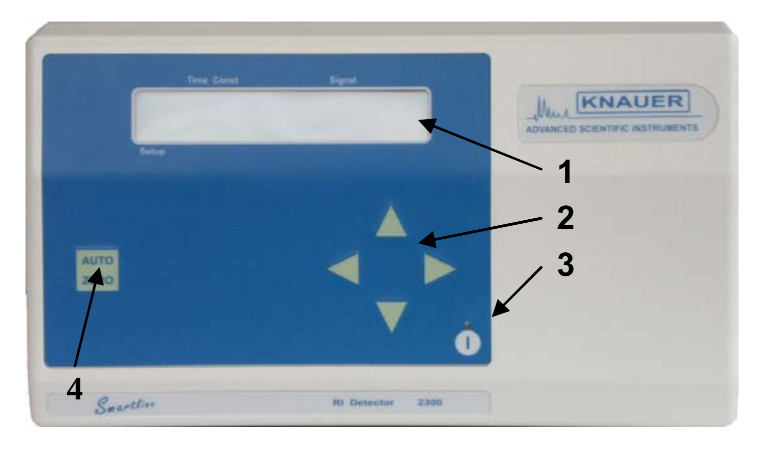


Abb. 4 Frontansicht des RI Detector 2300/2400

1	Display
2	Steuertasten
3	Standby-Taste
4	AUTOZERO-Taste

Tabelle 1 Funktionselemente Front

Die metallene Frontplatte (Zwischenplatte hinter der Tür) des Smartline RI Detector 2300/2400



Abb. 5 Frontansicht des RI Detector 2300/2400 mit geöffneter Tür

1	Eluenteneingang (IN)
2	Eluentenausgang (OUT)

Tabelle 2 Funktionselemente Zwischenplatte

Die Rückseite des Smartline RI Detector 2300/2400



Abb. 6 Rückansicht des RI Detector 2300/2400

1	Analogausgang (1V, skalierbar)
2	RS-232 Anschluss
3	Fernsteuer-Anschlussleiste
4	Seriennummer
5	Netzschalter (Hauptschalter)
6	Netzanschluss

Tabelle 3 Funktionselemente Rückseite

Stromversorgung, Ein/Aus

Der RI Detector 2300/2400 ist mit einem Schaltnetzteil ausgestattet und kann mit Spannungen im Bereich von 90 bis 260 Volt und Netzfrequenzen von 47 bis 63 Herz betrieben werden. Das Gerät kann entweder über den Hauptschalter an der Geräterückseite oder über die Standby-Taste an der Fronttür ausgeschaltet und dann jeweils auch wieder eingeschaltet werden.



Bitte beachten Sie, dass das Gerät nur beim Ausschalten über den Hauptschalter vollständig vom Spannungsnetz getrennt ist.

Position des Detektors im KNAUER Smartline System

Aufgrund der prinzipiellen Temperaturempfindlichkeit von Detektoren sollte der Smartline RI Detector 2300/2400 in einem System immer unten stehen. Die optional erhältlichen Kapillar-Kits mit vorgebogenen Kapillaren sind auf diese Positionierung abgestimmt.

In Abbildung Abb. 7 ist ein typisches Smartline System mit der vorgegebenen Anordnung der Komponenten gezeigt:

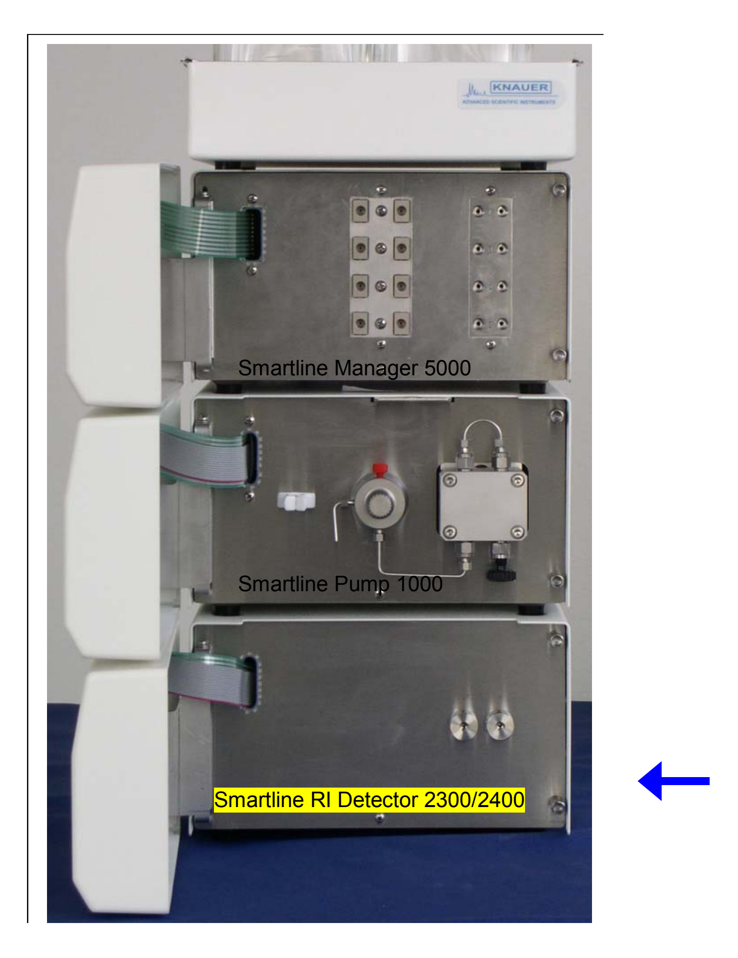


Abb. 7 Smartline System

Ist zusätzlich zum Smartline RI Detector 2300/2400 ein Smartline UV Detektor im System enthalten, so wird der RI Detektor aufgrund der größeren Temperaturempfindlichkeit noch unter dem UV Detektor angeordnet.

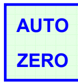
Betrieb des RI Detector 2300/2400

Funktion der Folientastatur

Die Folientastatur in Abb. 4 besteht aus vier Pfeiltasten, einer AUTOZERO-Taste und einer Standby-Taste.

AUTOZERO-Taste

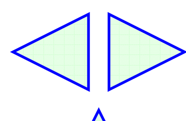
Die Taste AUTOZERO hat drei verschiedene Funktionen:

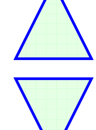


- Kurzes Drücken im Hauptmenü aktiviert die Gerätefunktion „Autozero“, die das Messsignal und den Integrator-Ausgang auf Null setzt. Dies erfolgt durch geeignete Wahl einer neuen Konstanten **a** gemäß Formel 1 auf Seite 38.
- Längeres Drücken von >3 s im Hauptmenü aktiviert eine Neupositionierung des Nullglases (Abb. 3 auf Seite 37). Während einer Nullglaspositionierung wird die Meldung **zeroplate moving** angezeigt.
- Die Neupositionierung des Nullglases wird auch bei einem kurzen Drücken der Taste AUTOZERO bzw. beim Einschalten des Gerätes durchgeführt, wenn die Differenz zwischen I_1 und I_2 den voreingestellten Grenzwert überschreitet.

Aus allen anderen Menüs erfolgt ein Rücksprung auf das Hauptmenü.

Pfeiltasten



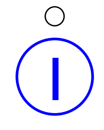


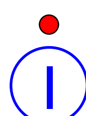
Die hellgrünen Pfeiltasten dienen der Cursorbewegung und –positio-nierung auf dem Display und zur Bestätigung der Eingabewerte.

Die Betätigung der Cursortasten ► „rechts“ oder ◄ “links“ bewegt den Cursor auf die einzelnen Eingabe- oder Schaltfelder und bestätigt eine erfolgte Eingabe oder Auswahl.

Mit den Cursortasten ▲ „auf“ oder ▼ „ab“ können Sie den jeweils angesteuerten Parameter ändern bzw. Optionen auswählen.

Standby-Taste

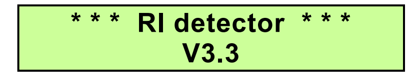




Ein Betätigen der Standby-Taste am eingeschalteten Gerät für länger als zwei Sekunden bewirkt ein Ausschalten des Gerätes (lediglich die Standby-Schaltung wird noch mit Spannung versorgt). Der Standby-Zustand wird durch das Leuchten der in die Standby-Taste integrierten roten Leuchtdiode angezeigt. Zum Wiedereinschalten drückt man die Standby-Taste erneut mindestens eine Sekunde lang. Das Gerät schaltet sich ein und die rote Leuchtdiode erlischt.

Einschalten

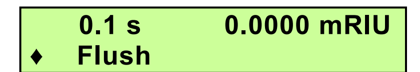
Verbinden Sie das Netzkabel mit dem Netzanschluss auf der Geräterückseite und schalten Sie den Detector 2300/2400 mit dem „EIN/AUS – Schalter“ an. Nach dem Einschalten erscheinen auf dem Display kurzzeitig Informationen zum Gerät und der Versionsnummer der Firmware:



Die beim Einschalten ablaufenden Selbsttests beinhalten eine Überprüfung der Funktionsbereitschaft des Integratorausgangs, das Durchführen einer automatischen Offset-Korrektur, eine automatische Justage des Nullglases und ein Autozero.

Nach erfolgreich durchlaufener Testprozedur ist das Gerät betriebsbereit. Das Display zeigt das normale Hauptmenü.

Nach etwa 10 Minuten erreicht das Gerät eine konstante Arbeits-temperatur und damit auch eine Stabilisierung der Basislinie



Nach etwa 10 Minuten erreicht das Gerät eine konstante Arbeits-temperatur und damit auch eine Stabilisierung der Basislinie



Spülen Sie vor dem Beginn von Messungen Eluent durch die Mess- und Referenzzelle und gewähren Sie dem HPLC-System eine ausreichende Equilibrierdauer von mindestens 15 Minuten. Danach können Sie mit der Datenaufnahme mit Ihrem RI-Detektor beginnen

Aufbau der internen Software

Die Software ist in verschiedene Einzelmenüs gegliedert, in denen jeweils unterschiedliche Einstellungen und Betriebsabläufe möglich sind. Sie gelangen in die einzelnen Menüs, wenn sich der Cusor auf dem Rautenfeld ♦ befindet und Sie jetzt die ▲ oder die ▼ Taste betätigen. Wie in der Abb. 8 veranschaulicht, werden die Menüs in einer Endlosschleife aufgerufen.

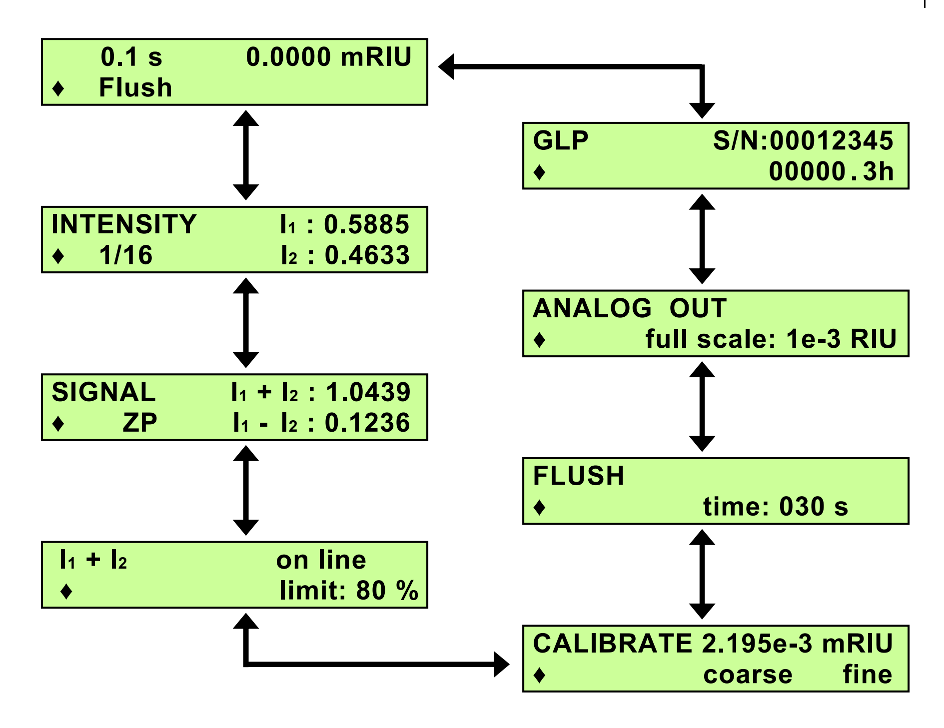


Abb. 8 Menüfolge des RI Detector 2300/2400

Nachfolgend werden die einzelnen Menüs im Detail beschrieben. Generell gelangen Sie in jedem Menü durch die Betätigung der ► oder der ◄ Taste zum jeweils nächsten bzw. vorhergehenden Eingabefeld. Hier können Sie dann mittels der ▲ oder der ▼ Taste entweder die Eingabewerte erhöhen bzw. erniedrigen oder gegebenenfalls durch die möglichen Optionen scrollen. Mit einem Wechsel zu einem anderen Eingabefeld (► oder ◄ Taste) werden die eingegebenen Änderungen übernommen und bestätigt.

Das Hauptmenü

0.1 s	0.0000 mRIU		0.1 s	0.0000 mRIU
♦ Flush		oder	♦ Flush	50 %

Das Hauptmenü enthält die Angaben zur Zeitkonstante und zur Signalintensität. Die gemessene Lichtintensität in % wird dann angezeigt, wenn der im Menü **I_1 + I_2** voreingestellte Grenzwert für **limit** unterschritten wird, andernfalls bleibt dieses Feld frei.

Der aktuell gemessene Signalwert wird in Festkommadarstellung mit vier Dezimalstellen angezeigt.

In diesem Menü können Sie außerdem folgende Funktionen steuern:

Zeitkonstante wählen

Mit Hilfe der Zeitkonstante können Sie eine Signalglättung bewirken. Sie können hierfür Werte von **0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5** oder **10** Sekunden auswählen. Je größer der Wert der ausgewählten Zeitkonstante ist, desto stärker wird das Signal geglättet. Für die meisten analytischen Zwecke ist eine Zeitkonstante von **1 s** am besten geeignet.

Beim Betrieb mit einer Chromatografiesoftware wird als Einstellung **0,1 s** empfohlen.

Spülen der Referenzzelle

Sie können die Referenzzelle spülen, indem Sie den Cursor mit der ► oder der ◄ Taste auf dem Menüpunkt **Flush** platzieren und die Spülfunktion mit der ▲ oder der ▼ Taste aktivieren. Die Spüldauer kann im Menü **FLUSH** mit dem Menüpunkt **time** eingestellt werden. Der

Standardwert beträgt 30 sec. Das Spülen wird durch Betätigen einer beliebigen Taste beendet. Ein laufender Spülvorgang wird durch Ausblenden des Cursors auf dem Anzeigefeld angezeigt.

Während des Spülvorganges werden die Mess- und die Referenzzelle in Serie geschaltet, so dass beide Zellen durchflossen werden.



Die Flussrate sollte beim Spülen 3 ml/min (Smartline 2300) bzw. 5 ml/min (Smartline 2400) nicht überschreiten. Das Flush-Magnetventil und die Referenzzelle können beim Spülen mit voller Messflussrate zerstört werden.

Signalinvertierung

Sie können das Vorzeichen des Signalwertes mit Auswirkung auf alle Messwertausgänge invertieren, indem Sie den Cursor mit der ► oder der ◄ Taste auf dem Signalwert platzieren und entweder die ▲ oder die ▼ Taste drücken. Die Signalinvertierung wird durch ein hochgestelltes Minuszeichen angezeigt.

0.1 s	⁻ 0.0000 mRIU
♦ Flush	



Beim Smartline RI Detector 2400 (präparativer Detektor) ist die Signalinvertierung standardmäßig aktiviert, um einen hardware-bedingten Unterschied der Signaldarstellung zum Smartline RI Detector 2300 auszugleichen.

Das INTENSITY-Menü

INTENSITY	I_1 : 0.5885
♦ 1/16	I_2 : 0.4633

In diesem Menü werden die gemessenen Intensitätswerte I_1 und I_2 einzeln angezeigt. Bitte beachten Sie, dass deren Summe nicht direkt aus den angezeigten Werten berechenbar ist, da diese Einzelintensitäten Offset-behaftet sind.

Ein anhaltend niedriger Intensitätswert kann auf eine Luftblase oder eine Verunreinigung in der Messzelle deuten. Die Zellen können mit der Funktion **Flush** gespült werden.

Die Anzeige 1/16 informiert über die fest eingestellte Integrationszeit.

Das SIGNAL-Menü

SIGNAL	$I_1 + I_2$: 1.0439
♦ ZP	$I_1 - I_2$: 0.1236

In diesem Menü werden die aus I_1 und I_2 errechneten Werte $I_1 + I_2$ und $I_1 - I_2$ angezeigt. Die besten Messergebnisse werden erhalten, wenn Werte von jeweils ca. 0.5 für I_1 und I_2 gemessen werden, wodurch $I_1 + I_2 \sim 1{,}0$ und $I_1 - I_2 \sim 0$ ist.

Durch Wahl der Funktion **ZP** (zeroplate) kann in diesem Menü ein Nullglasabgleich aktiviert werden.

Das I_1+I_2-Menü

I_1 + I_2	on line
♦	limit: 80 %

Im Menü I_1 + I_2 können Sie folgende Menüpunkte wählen:

on line: I_1 + I_2 wird für jeden Datenpunkt neu berechnet. Hierdurch wird sichergestellt, dass schwankende Absorptionsanteile keinen Einfluss auf den Messwert haben. Der Rauschanteil im Messsignal nimmt geringfügig zu.

AUTOZERO: I_1 + I_2 wird über die gesamte Messung konstant gehalten. Die aktuelle Summenintensität wird nach Aktivieren der Funktion AUTOZERO neu berechnet und gespeichert.

fixed ->1: Für die gesamte Messdauer wird I_1 + I_2 = 1 gesetzt. Dieser Modus entspricht dem Detektionsverfahren in Geräten der älteren Baureihen KNAUER RI–9800.

limit: Durch Wahl dieses Menüpunktes und Einstellen eines prozentualen Grenzwertes mit den Tasten ▲ oder ▼ wird ein Grenzwert gewählt. Sinkt die gemessene Lichtmenge darunter, wird sie im Hauptmenü angezeigt. Andernfalls erfolgt keine Anzeige der Lichtmenge.

AUTOZERO und Nullglasabgleich

Die besten Messergebnisse werden erhalten, wenn die Summe I_1 + I_2 nahe bei 1 (entsprechend einer detektierten Lichtintensität von 100%) und die Differenz $I_1 – I_2$ nahe bei Null liegt. Die minimale detektierte Lichtintensität (I_1 + I_2) soll stets mehr als 80% betragen. Die Intensitäten I_1 und I_2 werden im INTENSITY Menü angezeigt.

Die elektronische Funktion Autozero dient zur Korrektur einer Basisliniendrift, wie sie durch thermische oder Lösungsmittelschwankungen bedingt sein kann.

Starke Abweichungen von den optimalen Werten können durch einen Nullglasabgleich korrigiert werden. Zuvor kann überprüft werden, ob Abweichungen in I_1 und I_2 durch eine Luftblase in der Messzelle bedingt sind. Dies kann an einer zu geringen Lichtintensität (Anzeige im Hauptmenü) oder an einer großen Differenz $I_2 < I_1$ (Luftblase in der Referenzzelle) erkannt werden. Eine Luftblase in der Zelle kann durch Aktivieren der Funktion **Flush** entfernt werden.

Im fehlerfreien Betrieb kann ein Nullglasabgleich durch Wahl des Menüpunktes **ZP** im Menü SIGNAL oder Betätigen der Taste Autozero für >3 s aktiviert werden. Beim Überschreiten einer voreingestellten Differenz zwischen I_1 und I_2 wird der Nullglasabgleich automatisch aktiviert.

Das CALIBRATE-Menü (Kalibriereinstellung)

CALIBRATE 2.195e-3 mRIU	
♦	coarse fine

In diesem Menü können Sie eine Kalibrierkonstante c für die Berechnung des Signalwertes (gemäß Formel 2 auf Seite 38) wählen. Der Zahlenwert kann im Bereich von 0,125 bis 128,0 x10^{-3} gewählt werden. Platzieren Sie dafür den Cursor mit den Tasten ► oder ◄ entweder auf **coarse** oder auf **fine**. Dann können Sie den gewünschten Wert mit den Tasten **▲ oder ▼** wählen, wobei mit **coarse** die Werte verdoppelt oder halbiert werden. Mit **fine** können Sie Zahlenwerte in 4er-Schritten auf der dritten Dezimalstelle wählen.

Alle Detektoren werden werkseitig durch Vergleichsmessungen mit einer Kalibrierlösung bei T=20° auf eine einheitliche Empfindlichkeit eingestellt.

Die Wahl eines Wertes für die Kalibriereinstellung wirkt auf alle Messwertausgänge und löscht den vorher eingestellten Wert.



Die Änderung der Kalibrierkonstante c hat keinen Einfluss auf das Signal-Rausch-Verhältnis !

Durch Wahl eines Wertes für die Kalibriereinstellung können Sie den RI-Detektor beliebig kalibrieren. Damit ist auch eine Absolutkalibrierung mit einer Kalibrierlösung bekannten Gehaltes bei einer bestimmten Temperatur möglich.

Das FLUSH-Menü



Sie können in diesem Menü eine Zeit im Bereich von 1…900 s wählen, mit der die Referenzzelle gespült wird. Plazieren Sie den Cursor mit den Tasten ► oder ◄ auf dem Zeitfeld und wählen Sie mit den ▲ **oder** ▼ Tasten die gewünschte Zeitdauer. Durch Wahl der Taste ▼ erreichen Sie nach dem Wert **0** die Funktion **no valve** zur Deaktivierung der Ventilschaltung.

Bei Flussraten von ca. 1 ml/min werden für den RI-Detektor Zeiten von ca. 10 bis 20 s empfohlen. Bei niedrigeren Flüssen empfiehlt sich die Wahl einer längeren Spülzeit.



Die Flussrate sollte beim Spülen 3 ml/min (Smartline 2300) bzw. 20 ml/min (Smartline 2400) nicht überschreiten. Das Flush-Magnetventil und die Referenzzelle können beim Spülen mit voller Messflussrate zerstört werden.

Das ANALOG OUT-Menü

ANALOG OUT
♦ full scale: 1e-3 RIU

Das ANALOG OUT-Menü dient der Einstellung des analogen Ausgangsignals. Das maximale Ausgangssignal ist generell 1 V. Sie können entsprechend der konkreten Situation festlegen, wie viel RIU diesem Signalmaximum, das heißt einem full-scale-Ausschlag, entsprechen sollen. Sie können einen der vorgegebenen Werte von 1e-5, 2e-5, 5e-5, 1e-4, 2e-4, 5e-4, 1e-3, 2e-3, 5e-3, 1e-2, 2e-2, 5e-2, 1e-1, 2e-1, 5e-1 oder 1e-0 RIU (entsprechend 0,00001, 0,00002, 0,00005, 0,0001, 0,0002, 0,0005, 0,001, 0,002, 0,005, 0,01, 0,02, 0,05, 0,1, 0,2, 0,5 bzw. 1 RIU) auswählen.

Das GLP-Menü

GLP S/N:00012345
♦ 00000.3h

Im GLP Menü kann man die Seriennummer des Gerätes sowie die Anzahl der Betriebsstunden ablesen.

Kapillaranschluss an ein HPLC-System



Wenn Sie den Detektor in Betrieb nehmen, vergewissern Sie sich bitte, dass Messzelle und Leitungen trocken sind oder, dass das zu benutzende Lösungsmittel mit dem zuvor verwendeten mischbar ist. Anderenfalls führen Sie bitte eine Zwischenspülung mit einem mit beiden Flüssigkeiten mischbaren Medium aus.



Auch wenn der Smartline RI Detector 2300/2400 sehr beständig gegen eine Vielzahl gebräuchlicher Eluenten ist, so sollte dennoch grundsätzlich vermieden werden, dass Lösungsmittel oder Wasser auf die Oberflächen oder in das Gerät gelangen. Chlorierte Kohlenwasserstoffe können die Lackierung beschädigen und einige ander Lösungsmittel (z.B. THF) können die Klebeverbindungen z.B. der Tatstatur angreifen.

SOP 1 Anschluss der Kapillaren

1. Verbinden Sie den Ausgang der HPLC-Säule mittels einer Kapillare mit dem Eingang (IN) des Detektors.
2. Führen Sie die Verschraubung, den Zangenschneidring und den Dichtring auf die Kapillare (bei Sechskant-Verschraubungen nur Verschraubung und Schneidring). Achten Sie auf Reihenfolge und Ausrichtung der Fittings, siehe Abb. 12.
3. Schieben Sie die Kapillare bis zum Anschlag in den Detektoreinlass ein.
4. Ziehen Sie die Verschraubung handfest an. (Sechskant-Edelstahl-Verschraubungen muss man jedoch mit einem Maulschlüssel anziehen.)
5. Den Ausgang (OUT) des Detektors können Sie mit Hilfe einer Kapillare oder eines Teflonschlauchs (ID ≥ 1 mm) mit der Abfallflasche verbinden.



Stellen Sie sicher, dass die Kapillaranschlüsse (IN/OUT) nicht verwechselt werden, da hierdurch die Messzelle zerstört werden kann.

Durchflussschemata

Die Durchflussschemata der RI-Detektoren sind in den beiden folgenden Abbildungen dargestellt.

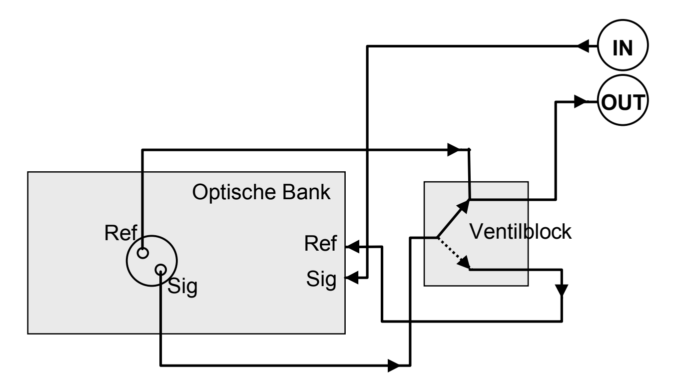


Abb. 9 Durchflussschema des Smartline RI Detector 2300

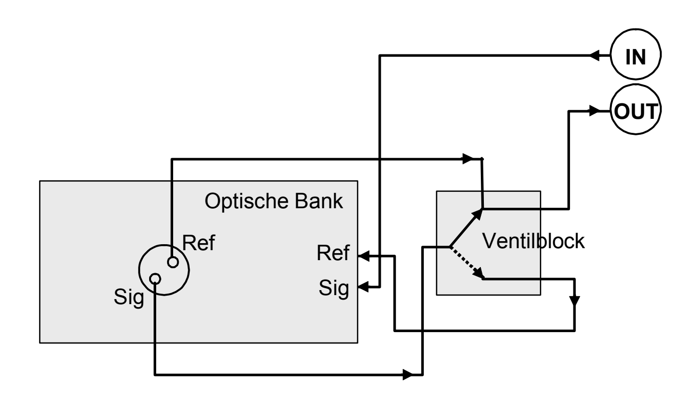


Abb. 10 Durchflussschema des Smartline RI Detector 2400

Kapillarführung

Die Kapillarführung für ein einfaches HPLC-System wird in der folgenden Abbildung veranschaulicht.



Die Messzelle besteht aus Glas und ist daher sehr druckempfindlich. Der Druck in der Zelle darf 2 bar zu keinem Zeitpunkt übersteigen. Der RI-Detektor sollte das letzte Gerät im HPLC-System sein. Einen Druckaufbau ‚hinter' dem Gerät sollte unbedingt vermieden werden.



Die Verwendung von gut entgasten Eluenten ist speziell bei der Verwendung eines RI Detektors eine sehr wichtige Voraussetzung für die Erzielung guter Chromatogramme. Die Entgasung gewährleistet eine stabile Basislinie und hohe Empfindlichkeit.



Abb. 11 Kapillaranschluss des Detektors



Verwenden Sie für die Anschlüsse z.B. DYNASEAL-Verschraubungen (Zubehör, siehe Seite 63) und zur Minimierung des Totvolumens eine möglichst kurze Kapillare mit kleinem Innendurchmesser.

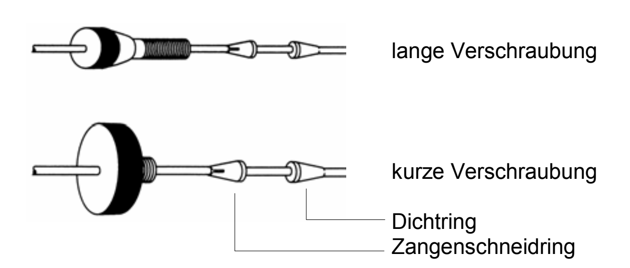


Abb. 12 DYNASEAL Kapillarverbindungen

Direkte Steuerung des RI Detector 2300/2400
(stand-alone-Betrieb)

Schalten Sie das Gerät ein und beachten Sie dabei die im Abschnitt *Stromversorgung, Ein/Aus* auf Seite 41 gegebenen Hinweise.



Das Gerät soll vor der ersten Messung ca. 15 Minuten bei eingeschalteter HPLC-Pumpe (d.h. mit Fluss) warmlaufen. Für sehr empfindliche Messungen ist gegebenenfalls auch eine längere Aufwärmphase notwendig.

Die Lichtquelle (LED) wird bei jedem Einschalten des Gerätes automatisch mit eingeschaltet und ist sofort betriebsbereit. Aufgrund der extrem langen Lebensdauer ist ein Abschalten der Lichtquelle nicht vorgesehen (diese wird nur abgeschaltet, wenn das gesamte Gerät über den Hauptschalter oder die Standby-Taste abgeschaltet wird).

Stellen Sie im Hauptmenü die für Ihre Anwendung geeignete Zeitkonstante ein.

Grundsätzlich ist Ihr Detektor nun für die Aufnahme einfacher Chromatogramme einsatzbereit. Das Signal kann z.B. am analogen Ausgang (1V) auf der Rückseite des Gerätes abgenommen werden.

Ausgabe-Optionen: Die Ausgabe der Absorptionssignale kann konfiguriert werden. Bewegen Sie hierzu den Cursor auf das Signalfeld. Wählen Sie die gewünschte Option durch Betätigung der ▲ **oder** ▼ Taste aus. Die Optionen sind:

1) **normales Signal** (keine Sonderanzeige)
2) **Signalinversion** (wird durch ein kleines hochgestelltes Minus-Zeichen angezeigt).

Softwaresteuerung des RI Detector 2300/2400

Besonders komfortabel ist das Arbeiten mit dem Smartline RI Detector 2300/2400 innerhalb eines HPLC-Systems erst bei Verwendung eines HPLC Softwarepakets, wie z.B. EuroChrom® für Windows oder ChromGate®.

Der Smartline RI Detector 2300/2400 wird von EuroChrom® und ChromGate® ab der Version 3.05 bzw. 3.1 unterstützt.

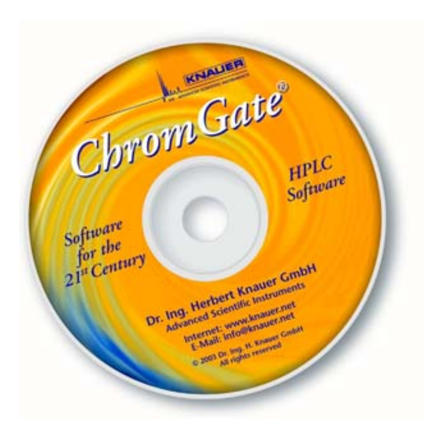


Abb. 13 ChromGate® HPLC-Software

Bezüglich detaillierterer Informationen zu den Merkmalen der Software und zur Arbeit mit ihr informieren Sie sich bitte im jeweiligen Softwarehandbuch.

RS-232 Serielle Schnittstelle

Die RS-232 Schnittstelle auf der Geräterückseite ermöglicht den digitalen Datenaustausch zwischen dem RI Detector 2300/2400 und einem PC mit HPLC-Software (EuroChrom® oder ChromGate®). Verbinden Sie diese Schnittstelle direkt oder gegebenenfalls unter Verwendung einer Schnittstellenerweiterung mit einem **COM-Port** Ihres Computers. Zusätzlich kann ein Startsignal(Trigger)-kabel an die Anschlussleiste angeschlossen werden. Der Start-Ausgang eines Injektionsventils oder eines Autosamplers wird mit START und GROUND am Detektor verbunden.

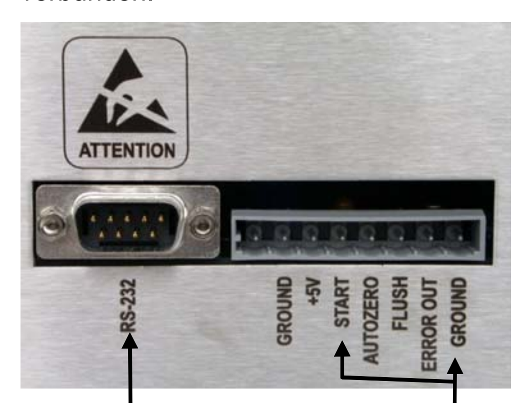


Abb. 14 Abb. 1 RS-232-Schnittstelle und Anschlussleiste

Schnittstellenprotokoll

Zur Steuerung des Detektors und zur Datenaufnahme über die serielle Schnittstelle ohne KNAUER Chromatografiesoftware ist das Protokoll der Schnittstelle auf Anfrage bei KNAUER erhältlich.

Verbindung anderer Geräte mit dem RI Detector 2300/2400

Verwendung der Fernsteuerungsleiste

Der Fernsteuerungsanschluss auf der Geräterückseite des RI Detector 2300/2400 dient zum Senden bzw. Empfangen von Start-, Steuer- oder Fehlersignalen an oder von anderen Geräten. Zum Beispiel können die von einem Injektionsventil oder einem Autosampler ausgehenden Startsignale auf den START Eingang gelegt werden. Alle Spannungen müssen zwischen Erde (GROUND) und dem jeweils entsprechenden Ausgang geschaltet werden.



Bitte vermeiden Sie die Berührung der elektrischen Kontakte der Anschlussleisten. Dabei auftretende elektrostatische Entladungen können zur Zerstörung der Geräteelektronik führen.

Belegung der Fernsteuerungsanschlussleiste

Von den acht Positionen der Fernsteuerungsleiste dienen zwei als Groundanschlüsse, einer als Fehlerausgabeanschluss und drei als Steuerungsanschlüsse:

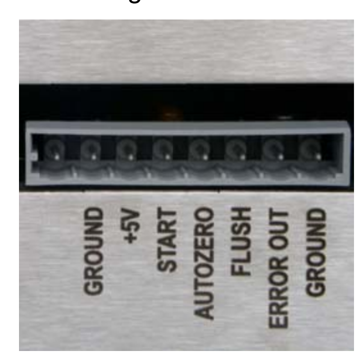


Abb. 15 Fernsteuerungsanschlüsse

GROUND	GROUND (Erdung) für alle Anschlüsse.
+5V	**Vorsicht! Dieser Anschluss darf nicht belegt werden. Er dient nur für spezielle Servicezwecke.**
START	Ein Kurzschluss nach GROUND bewirkt eine Weitergabe des Startsignals an die HPLC-Software (sofern vorhanden und unterstützt).
AUTOZERO	Ein Kurzschluss nach GROUND löst ein Auto-Zero aus. Eine Messung wird erst nach Abschalten des Auto-Zero-Signals wieder möglich.
FLUSH	Ein Kurzschluss nach GROUND bewirkt die Aktivierung des Flush-Magnetventils für die voreingestellte Zeit. Mess- und Referenzzelle werden hintereinander geschaltet und gespült. Längeres Ansteuern des Eingangssignales von >2 s aktiviert die Funktion, so lange das Signal anliegt
ERROR OUT	Ein Fehlersignal verbleibt so lange aktiv, wie ein Fehler angezeigt wird, z.B. im falle eines *signal overflow* (Fehler: +5 V, kein Fehler: 0 V).
GROUND	GROUND (Erdung) für alle Anschlüsse

Montage der WAGO-Anschlussstecker

Für die elektrischen Verbindungen mit anderen Geräten wird der im Zubehör enthaltene WAGO-Stecker mit 8 Anschlüssen verwendet. Dieser wird wie folgt montiert.

SOP 2 WAGO-Anschlusssteckermontage

1. Führen Sie die abgerundete Seite des Hebelwerkzeugs am ausgewählten Anschluss in die quadratische Öffnung des Steckers.
2. Drücken Sie den Hebel wie durch den Pfeil angezeigt nach unten fest.
3. Führen Sie das nicht isolierte Ende des Kabels in die Öffnung unter dem Hebel ein.
4. Öffnen Sie den Hebel und entfernen Sie das Hebelwerkzeug vom Stecker.

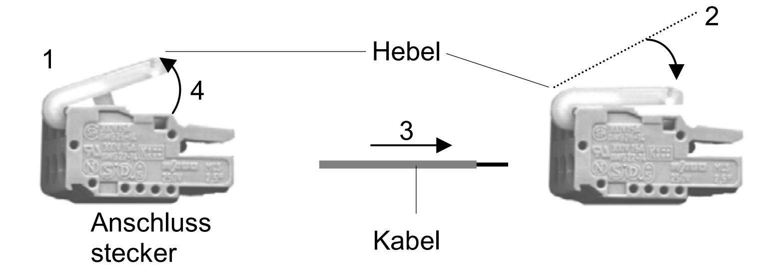


Abb. 16 Montage der Anschlussstecker

Das Kabel ist jetzt im WAGO-Anschlussstecker zuverlässig verankert.

Der Integratorausgang



Abb. 17 Integratorausgang

Am Integratorausgang liegt der aktuelle Signalwert als analoge Spannung (max. 1 V) an. Im ANALOG OUT-Menü kann das Signal in 16 Schritten skaliert werden (siehe Abschnitt Das ANALOG OUT-MENÜ, S. 48). Der Anschluss erfolgt mittels des beigefügten Analoganschlusskabels (Cinch-Cinch) oder mit separat erhältlichen Kabeln mit speziellen Steckern.

Erdung der Signalleitung

Der Signallausgang des RI-Detektors kann entweder über die beiden GROUND-Anschlüsse oder die Abschirmung des Analogausganges geerdet werden. Die Gerätemasse ist nicht mit der Signalerde verbunden. Die Signalerdung soll vorzugsweise über den Analogausgang an einem geerdeten Integrator erfolgen.

Eine mehrfache Verbindung mit Erde (gleichzeitige Erdung über GROUND und Analogausgang) ist zu vermeiden, da hierdurch Brummschleifen entstehen und die Messergebnisse beeinträchtigt werden können.

Einfache Wartung



Insbesondere für die routinemäßige Überprüfung des Gerätes haben Sie die Möglichkeit der Verwendung der KNAUER OQ-Dokumente (erhältlich über Ihren Händler). Automatisieren läßt sich die Überprüfung mittels der in KNAUER ChromGate® (ab V3.1) integrierten softwaregestützten OQ-Prozedur.

Geringe Lichtintensität

Sinkt die Lichtintensität unter den voreingestellten Wert, wird dies im Hauptmenü durch die Anzeige der aktuellen Intensität in % kenntlich gemacht. Falls Sie im **on line** Modus (Menü $I_1 + I_2$) arbeiten, hat die Lichtintensität keinen direkten Einfluss auf den Messwert. Mit abnehmender Intensität steigt jedoch das Signalrauschen.

Das Abnehmen der Lichtintensität kann folgende Ursachen haben:

Ursache	Behebung
IR-Absorption im Eluenten	anderen Eluenten verwenden
Luftbläschen in der Messzelle	Messzelle spülen (Flush-Funktion)
Messzelle verschmutzt	Küvette reinigen / erneuern
Anschlüsse undicht, Zelle außen nass	Küvette ausbauen, trocken wischen und korrekt mit neuen Dichtungen wieder einbauen

Ausbau der Messzelle

Ein Ausbau der Messzelle ist entweder zur Reinigung oder zum Austausch erforderlich. Aus- und Einbau der Messzelle sollte nur von autorisierten Servicetechnikern erfolgen, kann aber auch von erfahrenen Anwendern durchgeführt werden.



Ziehen Sie vor dem Öffnen des Gehäuses des RI-Detektors den Netzstecker an der Rückseite ab. Im Inneren des Gerätes sind Spannung führende und damit die Gesundheit gefährdende Teile.

SOP 3 Messzellenausbau aus dem RI Detector 2300

1. Ziehen Sie den Netzstecker
2. Entleeren Sie die Messzelle gemäß SOP 7.
3. Lösen Sie die sechs Schrauben an beiden Längsseiten des Gehäuses mit einem Kreuzschlitzschraubendreher.
4. Ziehen Sie das Gehäuse nach oben ab.
5. Lokalisieren Sie die Messzelle im Inneren des Gehäuses. Die Messzelle ist von oben in die optische Bank eingebaut und mit einer Überwurfmutter befestigt (Abb. 18 und Abb. 20).

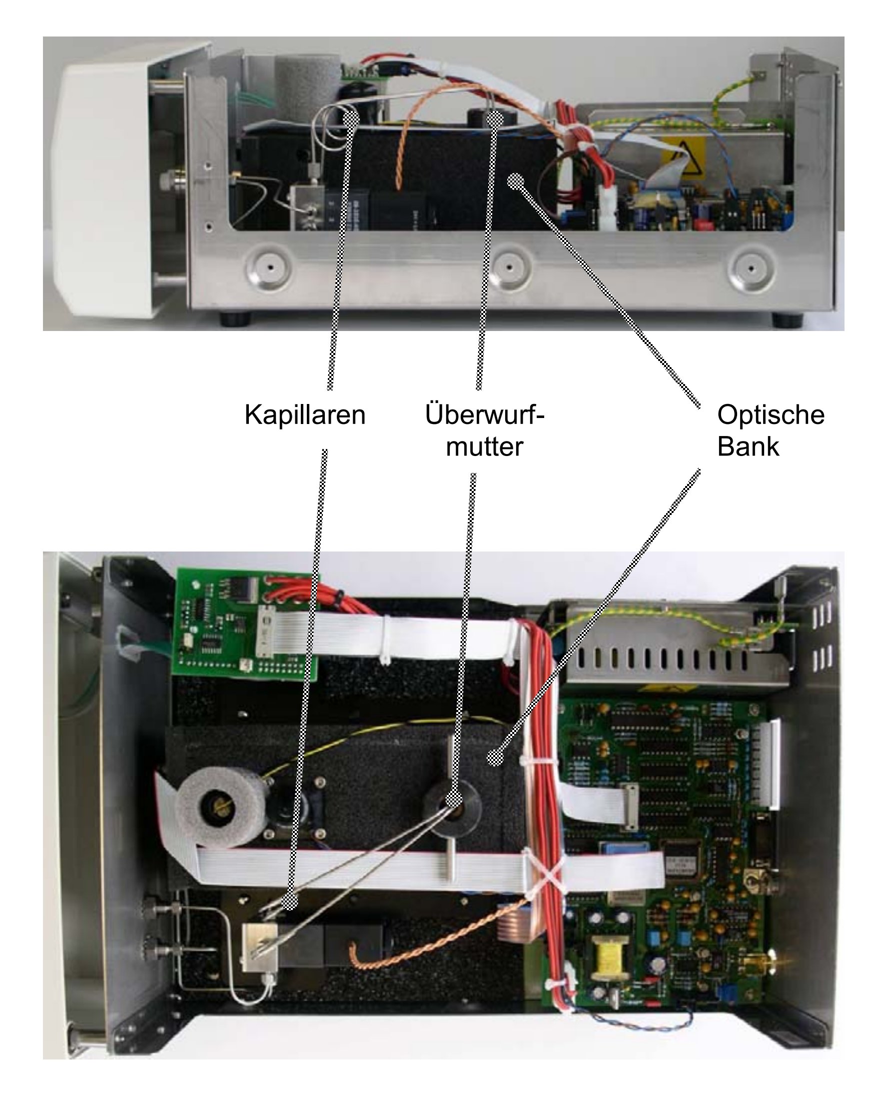


Abb. 18 Einbaulage der Messzelle im RI Detector 2300

6. Lösen Sie die Überwurfmutter und Andruckfeder.
7. Ziehen Sie die Überwurfmutter mit Andruckfeder heraus.
8. Ziehen Sie die Messzelleneinheit aus dem Messzellengehäuse heraus.

Sie können die Messzelle in einem Ultraschallbad in einer geeigneten Reinigungslösung reinigen oder eine neue Messzelle einbauen.

SOP 4 Messzellenausbau aus dem RI Detector 2400

1. Ziehen Sie den Netzstecker
2. Entleeren Sie die Messzelle gemäß SOP 7.
3. Lösen Sie die sechs Schrauben an beiden Längsseiten des Gehäuses mit einem Kreuzschlitzschraubendreher.
4. Ziehen Sie das Gehäuse nach oben ab.
5. Lokalisieren Sie die Messzelle im Inneren des Gehäuses. Die Messzelle ist von oben in die optische Bank eingebaut und mit vier federbelasteten Schrauben befestigt (Abb. 19 und Abb. 21).
6. Lösen Sie die vier Linsenschrauben und Andruckfedern mit einem Kreuzschlitzschraubendreher.

7. Ziehen Sie die vier Schrauben samt Federn, und Zellendeckel heraus.
8. Ziehen Sie die Messzelleneinheit aus dem Messzellengehäuse heraus.

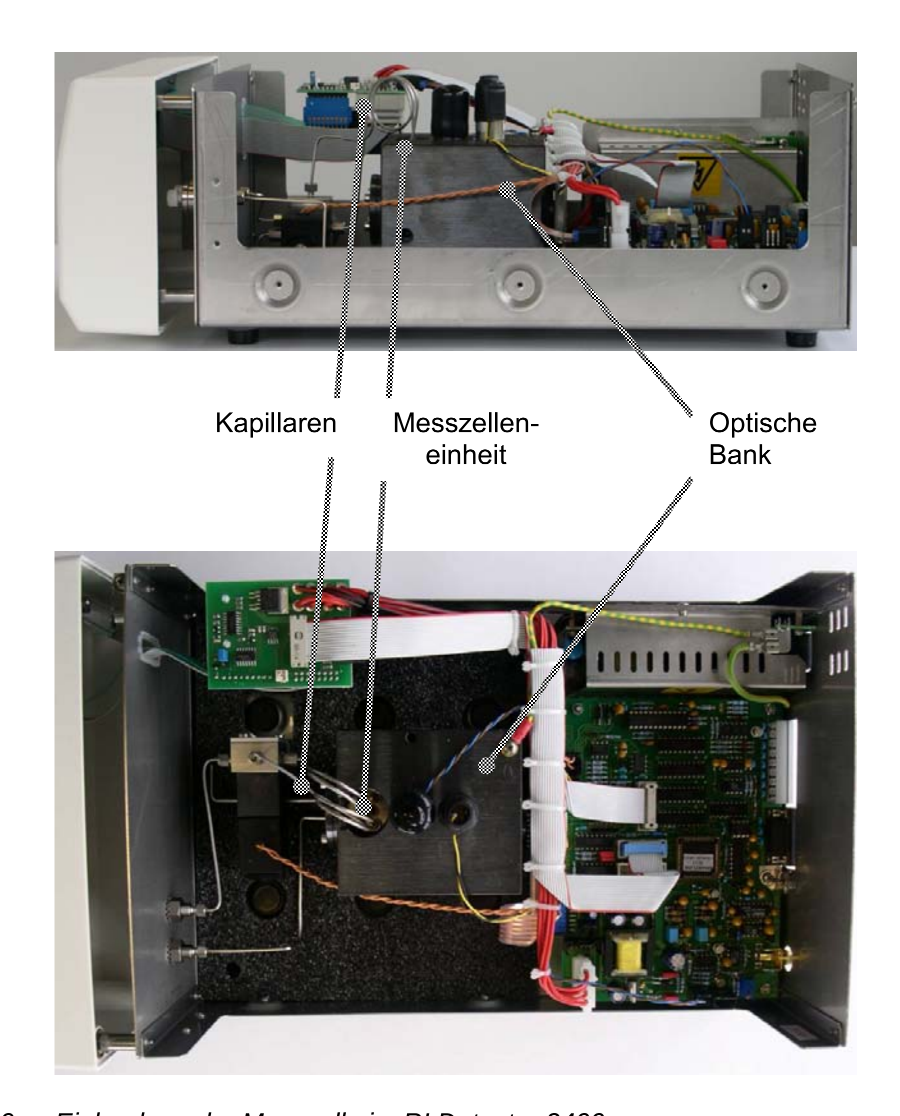


Abb. 19 Einbaulage der Messzelle im RI Detector 2400

Sie können die Messzelle in einem Ultraschallbad in einer geeigneten Reinigungslösung reinigen oder eine neue Messzelle einbauen.

Einbauen der Messzelle

Stellen Sie sicher, dass alle Teile vor dem Einbau in einem ordnungsgemäßen Zustand sind.



Wir empfehlen bei jedem Einbau einen neuen Dichtungssatz für die Messzelle einzusetzen.

SOP 5 Messzelleneinbau in den RI Detector 2300

1. Stecken Sie die unteren Dichtungen, unter Beachtung der Fase, auf die Kapillarenden im Messzellenboden.
2. Setzen Sie die Messzelle unter Beachtung der Lage (vgl. Abb. 20) in das Messzellengehäuse ein. Bei richtiger Orientierung ist der Schriftzug KNAUER auf der Zelle oben.
3. Setzen Sie die oberen Dichtungen unter Beachtung der Fase auf die Kapillarenden im Zellendeckel. Setzen Sie den Zellendeckel so ein, dass die flache Seite zur Gerätefront weist.
4. Legen Sie die Federscheiben ein und schrauben Sie die Überwurfmutter auf die optische Bank und ziehen Sie sie handfest an.



Ein zu geringes Anzugsmoment kann zu Undichtigkeiten an der Messzelle führen. Ein zu hohes Anzugsmoment führt zum Kontakt der Kapillarenden mit der Messzelle und damit zu einer Beschädigung.

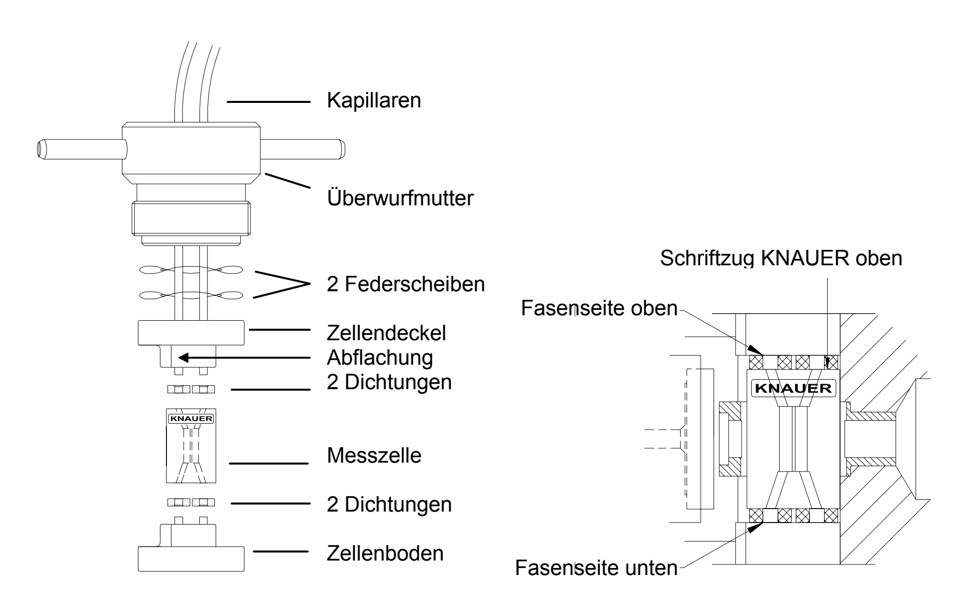


Abb. 20 Aufbau der Messzelle des RI Detector 2300 (links) und Einbaulage in der optischen Bank (rechts)

5. Setzen Sie das Gehäuse wieder auf und befestigen Sie es mit den sechs Kreuzschlitzschrauben.

SOP 6 Messzelleneinbau in den RI Detector 2400

1. Stecken Sie die unteren Dichtungen, unter Beachtung der Fase, auf die Kapillarenden im Messzellenboden.
2. Setzen Sie die Messzelle unter Beachtung der Lage (vgl. Abb. 21) in das Messzellengehäuse ein. Bei richtiger Orientierung ist der Schriftzug KNAUER über Kopf stehend auf der Zelle unten.
3. Setzen Sie die oberen Dichtungen unter Beachtung der Fase auf die Kapillarenden im Zellendeckel. Setzen Sie den Zellendeckel so ein, dass die flache Seite zur Gerätefront weist.
4. Führen Sie die vier Schrauben durch die Federn, Unterlegscheiben und den Zellendeckel und schrauben Sie sie in die optische Bank.
5. Ziehen Sie die Schrauben mit einem Schraubendreher fest an.



Ein zu geringes Anzugsmoment kann zu Undichtigkeiten an der Messzelle führen. Ein zu hohes Anzugsmoment führt zum Kontakt der Kapillarenden mit der Messzelle und damit zu einer Beschädigung.

6. Setzen Sie das Gehäuse wieder auf und befestigen Sie es mit den vier Kreuzschlitzschrauben.

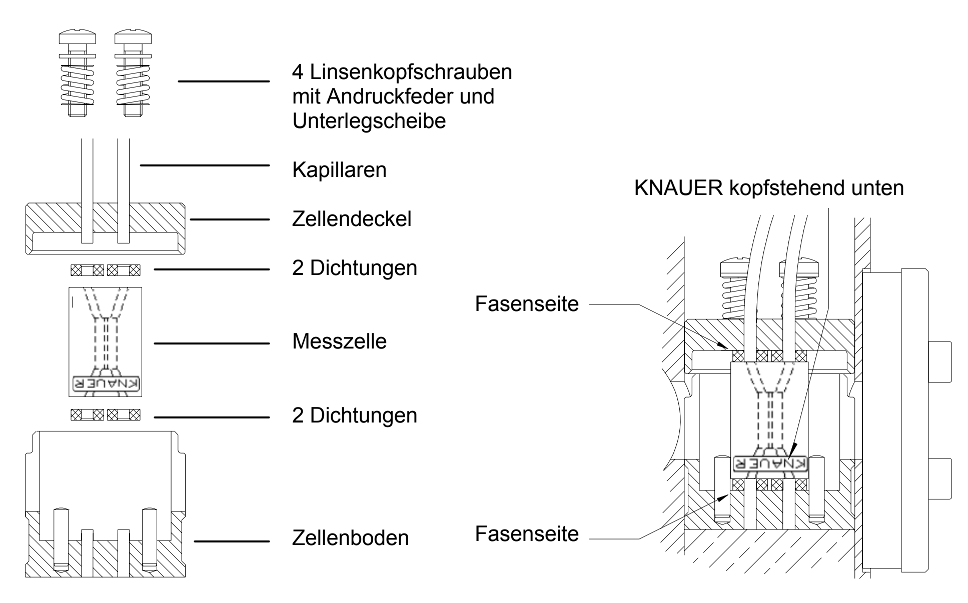


Abb. 21 Aufbau der Messzelle des RI Detector 2400 (links) und Einbaulage in der optischen Bank (rechts)

Überprüfung der Kalbrierung

Die RI-Detektoren werden werkseitig mit Zitronensäurelösung (10 mg/ml) gegen entionisiertes Wasser kalibriert Daraus ergibt sich bei einer Raumtemperatur von ca. 23°C ein Messwert von $1{,}147 \times 10^{-3}$ RIU.
Zur Überprüfung der Kalibrierung kann auch eine wässrige Glucose-monohydratlösung (8,28 mg/ml) eingesetzt werden. Gegen entionisiertes Wasser hat diese Lösung bei 20°C einen relativen Brechungsindex von 1×10^{-3} RIU.

Außerbetriebnahme und Stillegung

Zur Außerbetriebnahme werden die Mess- und Referenzzelle des Smartline RI Detector 2300/2400 nach der folgenden SOP entleert.

SOP 7 Entleerung der Messzelle

1. Aktivieren Sie im Hauptmenü die Funktion Flush. Stellen Sie sicher, dass die gewählte Spülzeit zur Durchführung der Schritte 2 bis 5 ausreicht. Aktivieren Sie die Funktion Flush gegebenenfalls mehrfach.
2. Spülen Sie mit einer 10ml Spritze Lösungsmittel in die Messzelle
3. Spülen Sie mit einer 10ml Spritze Luft in die Messzelle
4. Spülen Sie mit einer 10ml Spritze Aceton in die Messzelle
5. Spülen Sie mit einer 10ml Spritze Luft in die Messzelle
6. Verschließen Sie die Anschlüsse an der Gerätevorderseite mit passenden Verschlussstopfen.



Pufferlösungen können Ihre Detektorzelle bereits nach wenigen Stunden beschädigen. Stellen Sie daher sicher, dass bei einer Außerbetriebnahme (auch nur für kurze Zeit oder über Nacht) keine Pufferlösung in der Messzelle verbleibt.

Fehlermeldungen

Fehlermeldungen und ihre Ursachen

Fehlermeldung	mögliche Ursache	Beseitigung
Error Moving Zero Plate	Nullglasabgleich gelingt wegen einer Luftblase in der Mess- oder Referenzzelle nicht.	Spülen Sie mehrmals die Referenzzelle mit Eluent. Verwenden Sie z.B. Methanol oder Wasser-Methanol Gemisch anstelle von reinem Wasser. Kontrollieren Sie die intensitätswerte I_1 und I_2 (Hinweis auf Luftblasen) und beachten Sie die Hinweise im Abschnitt ‚AUTOZERO und Nullglasabgleich' auf Seite 47
	Zelle verschmutzt	Bitte reinigen Sie die Zelle.
	Nullglasabgleich gelingt wegen einer Fehlfunktion nicht.	Bitte rufen Sie den KNAUER Service.
Signal Overflow	Zuviel Lichtintensität in der Mess- oder Referenzzelle	Bitte spülen Sie die Mess- und Referenzzelle erneut und drücken Sie die Taste AUTOZERO.

Tabelle 4 Fehlermeldungen

Weitere Probleme und deren mögliche Ursachen

Fehler	mögliche Ursache	Beseitigung
Zu geringe Lichtintensität (80 % oder weniger)	Luftblase in der Mess- oder Referenzzelle	Spülen Sie mehrmals die Referenzzelle mit Eluent. Verwenden Sie z.B. Methanol oder Wasser-Methanol Gemisch anstelle von reinem Wasser. Kontrollieren Sie die Intensitätswerte I_1 und I_2.
	Zelle verschmutzt	Bitte reinigen Sie die Zelle.
	Zelle leckt	Bitte beseitigen Sie die Undichtigkeit.
Empfindlichkeit zu gering	Zelle verschmutzt	Bitte reinigen Sie die Zelle.
	Kalibrierung falsch	Bitte neu kalibrieren
Spitzen in der Basislinie	Luftblasen	Bitte untersuchen Sie die Ansaugseite der Pumpe auf Undichtigkeiten.
		Bitte verwenden Sie einen Degasser.
		Bitte spülen Sie die Zelle mit hohem Fluss.
Starke Drift	Gerät muss noch aufwärmen	Einlaufzeit abwarten
	Starke Temperaturänderung	Bitte arbeiten Sie bei konstanter Temperatur.
	Zelle leckt	Bitte beseitigen Sie die Undichtigkeit.
	Ventil leckt	Bitte beseitigen Sie die Undichtigkeit.
Starkes Rauschen	Zu geringe Lichtintensität	s. o.
	Elektrostatische oder elektrische Störungen	Maßnahmen gegen elektrostatische Störungen treffen, Erdung der Geräte prüfen, u. U. Gerät an einen anderen Stromkreis anschließen
	Luftblasen	s. o.
	Periodische Störungen (nur bei Betrieb der Pumpe)	Beseitigung der Pulsation an der Pumpe oder Verwendung eines Pulsationsdämpfers
	Periodische Störungen durch Abtropfen des Eluats von der Auslasskapillare	Auslasskapillarende in das Lösungsmittel tauchen oder an die Wand des Auffanggefäßes anlehnen
	Zelle verschmutzt	Bitte reinigen Sie die Zelle.

Tabelle 5 Weitere Probleme

Verwendete Materialien

Materialien die mit Eluent in Kontakt kommen

Material	Bauteil
Edelstahl (1.4401)	Kapillaren und Verbindungen
Quarzglas	Küvette (Mess- und Referenzzelle)
PTFE mit 25 % Glasfaser	Dichtung (Küvette)
FFKM Perfluorelastomer	Ventildichtung
PEEK	Ventilkörper

Tabelle 6 Materialien die mit Eluent in Kontakt kommen

Ersatzteile und Zubehör

Messzellen für der Smartline RI Detector 2300/2400

A0287 15°-Messzelle

A0294 45°-Messzelle

A0277 10 Dichtungen für Messzellen

Ersatzteile und Zubehör, Bestellnummern

M1479 Netzanschlusskabel

A0895 RS-232 Verbindungskabel (Nullmodem)

M0205 WAGO Steckerleiste 8-polig

M0156 WAGO Hebeldrücker

M1588 Analoganschlusskabel

G1023 Integratorkabel (Cinch/Laborstecker)

A1467 Flachbandkabel, 10-polig

A0145 Verschraubung (PETP) mit Konus (10 Stück)

A0141 Verschraubung (PETP) (10 Stück)

A0139 Dichtring (30 Stück)

P9011 Kapillarrohr ID 0,7 x 40 mm

M1551 Luer-Lock Kanüle 1,5 x 50 mm

N0102 Einwegspritze 10 ml

A0153 PTFE-Schlauch ID 1,5 x 3000 mm

U0317 PTFE-Schlauch ID 0,35 mm

A1021 Dynaseal Verschraubung 1/16“ kurz (10 Stück)

A0484 Zangenschneidring 1/16“ (4 Stück)

A0139 Dichtring 1/16“, PETP (30 Stück)

A1062 Dichtring 1/16“, PEEK (10 Stück)

A1022 Doppelkonusdichtring 1/16“, PETP (10 Stück)

A1070 Doppelkonusdichtring 1/16“, PEEK (10 Stück)

Technische Daten

	Smartline 2300 (analytisch)	**Smartline 2400** (präparativ)
Messzellenwinkel	45°	15°
Brechungsindex (Bereich)	1,00 – 1,75 RIU	1,00 – 1,75 RIU
Messzellenvolumen	15 µl	9 µl
Messbereich	$\pm$ 1 x 10^{-3} RIU	$\pm$ 2 x 10^{-3} RIU
Empfindlichkeit	3 x 10^{-8} RIU	4 x 10^{-7} RIU
Rauschen	$\leq \pm$ 1,5 x 10^{-8} RIU	$\leq \pm$ 2 x 10^{-7} RIU
Wellenlänge	950 $\pm$ 30 nm	950 $\pm$ 30 nm
Kapillardurchmesser Eingang: Messzelle: Referenzzelle: Ausgang:	 0,3 mm 1,0 mm 1,0 mm 0,7 mm	 1,0 mm 1,0 mm 1,0 mm 1,0 mm
Maximale Flussrate	5 ml/min	100 ml/min
Zeitkonstanten	0,1 0,2 0,5 1,0 2,0 5,0 und 10 s	0,1 0,2 0,5 1,0 2,0 5,0 und 10 s
Skalierbarer Integratorausgang	$\pm$ 1,0 V in 16 Stufen einstellbar	$\pm$ 1,0 V in 16 Stufen einstellbar
Autozerobereich	Gesamtbereich	Gesamtbereich
Anzeige	LCD, 2 Zeilen à 24 Zeichen	LCD, 2 Zeilen à 24 Zeichen
Steuerung	RS 232 Schnittstelle, Analogausgang, Fernsteuerungs-anschlüsse, Tastenfeld	RS 232 Schnittstelle, Analogausgang, Fernsteuerungs-anschlüsse, Tastenfeld
Besonderheiten	Integriertes Ventil zum Befüllen und Spülen der Referenzzelle	Integriertes Ventil zum Befüllen und Spülen der Referenzzelle
Netzanschluss	90-260 V, 47-63 Hz, 30 VA	90-260 V, 47-63 Hz, 30 VA
Abmessungen (B x H x T)	226x135x390mm	226x135x390mm
Gewicht	8 kg	8 kg
GLP-Report	Betriebsstunden, Seriennummer	Betriebsstunden, Seriennummer

Warranty statement

The warranty period of the Smartline RI Detector is 12 months beginning from the date of dispatch from Berlin. Operation inconsistent with manufacturer's instructions or damage caused by unauthorized service personnel are excluded from guarantee. Damage caused by blockages and wear and tear parts such as fuses and seals are not covered by the guarantee. Defective detectors should be sent to the manufacturer for repair.

Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert KNAUER GmbH
Hegauer Weg 38
D-14163 Berlin
Tel: 030 – 809 727 – 0
Fax: 030 – 801 50 10
e-mail: info@KNAUER.net
www.KNAUER.net

If we find a defect covered by the guarantee, repair or replacement, at our discretion, will be carried out free of charge. Packing and transport costs are borne by the purchaser.

Gewährleistungsbedingungen

Die werksseitige Gewährleistung für die Smartline RI Detector 2300 und 2400 beträgt ein Jahr ab Versanddatum. Unsachgemäße Bedienung des Gerätes und Folgen einer Fremdeinwirkung sind hiervon ausgenommen. Ebenso sind Verschleißteile wie z. B. Sicherungen, Dichtungen, Lampen und Verstopfungsschäden sowie Verpackungs- und Versandkosten von der Gewährleistung ausgenommen. Bitte wenden Sie sich bei Fehlfunktionen Ihres Smartline RI Detectors direkt an das Herstellerwerk:

Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert KNAUER GmbH
Hegauer Weg 38
D-14163 Berlin
Tel: 030 – 809 727 – 0
Fax: 030 – 801 50 10
e-Mail: info@KNAUER.net
www.KNAUER.net

Die Verpackung unserer Geräte stellt einen bestmöglichen Schutz vor Transportschäden sicher. Prüfen Sie dennoch jede Sendung sofort auf erkennbare Transportschäden. Bitte wenden Sie sich im Falle einer unvollständigen oder beschädigten Sendung innerhalb von drei Werktagen an das Herstellerwerk. Bitte unterrichten Sie auch den Spediteur von etwaigen Transportschäden.

Declaration of conformity

Konformitätserklärung

Manufacturer's name and address:
Herstellername und -adresse

Wissenschaftliche Gerätebau
Dr. Ing. Herbert KNAUER GmbH
Hegauer Weg 38
14163 Berlin, Germany

Smartline RI Detector 2300 and **2400**

Order Numbers, Bestellnummern: **A5160** and **A5161**

complies with the following requirements and product specifications:

- Low Voltage Ordinance (73/23/EWG)
  EN 61010-1 (08/2002)
- Engineering Guidelines (89/392/EWG)
- EMC Ordinance (89/336/EWG)
  EN 6100-3-2 (10/2006)
  EN 61326-1 (10/2006)

entspricht den folgenden Anforderungen und Produktspezifikationen:

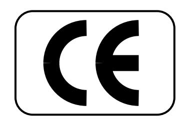
- Niederspannungverordnung (73/23/EWG)
  EN 61010-1 (08/2002)
- Maschinenrichtlinie (89/392/EWG)
- EMV-Verordnung (89/336/EWG)
  EN 6100-3-2 (10/2006)
  EN 61326-1 (10/2006)

The product was tested in a typical configuration.
Das Produkt wurde in einer typischen Konfiguration geprüft.

Berlin, 2007-03-29

Alexander Bünz (Managing Director)

The CE Shield is attached to the rear of the instrument.
Das Konformitätszeichen ist auf der Rückwand des Gerätes angebracht.



Index(english)

Index(deutsch)